

**ZAHNÄRZTLICHES AMALGAM IM LICHT-
UND ELEKTRONENMIKROSKOPISCHEN BILD**

Dissertation zur
Erlangung der zahnmedizinischen Doktorwürde
an der
Medizinischen Fakultät der Freien Universität Berlin

vorgelegt von
Manfred Wegner
aus Berlin

1970

Aus der Abteilung für zahnärztliche Werkstoffkunde
(Leiter: Professor Dr. Karl Eichner)
der Poliklinik und Klinik für Zahn-, Mund- und
Kieferkrankheiten der Freien Universität Berlin
(Geschäftsführender Direktor: Prof. Dr. Chr. Schulze)

Zahnärztliches Amalgam im licht- und elektronen-
mikroskopischen Bild.

Dissertation zur
Erlangung der zahnmedizinischen Doktorwürde
an der
Medizinischen Fakultät der Freien Universität Berlin

vorgelegt von
Manfred W e g n e r
aus Berlin

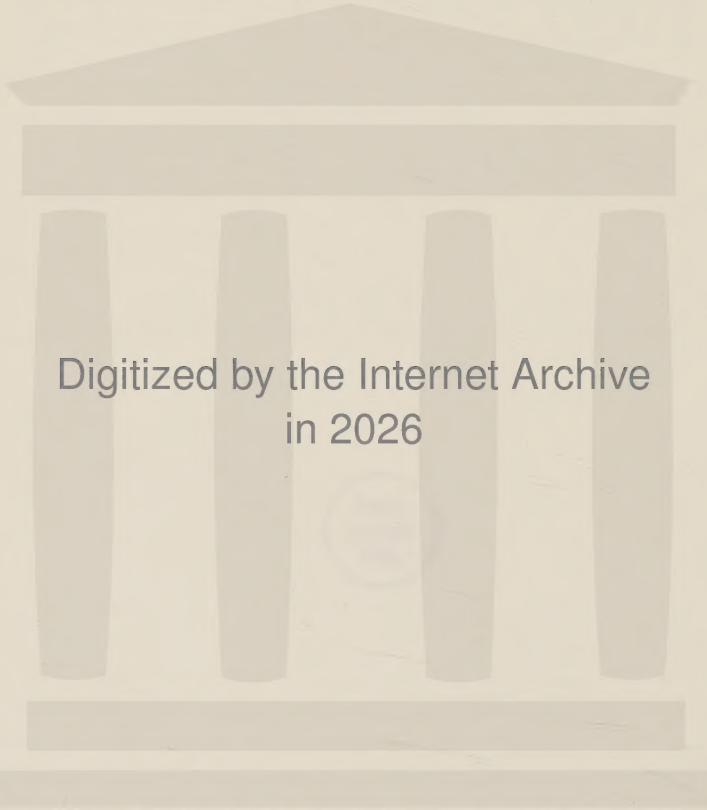
Dekan: Professor Dr.med. Herbert L a x)
Referent: Professor Dr.med.dent. Karl E i c h n e r
Korreferent: Professor Dr.med. Willy S c h w a r z



Gedruckt mit Genehmigung der Medizinischen Fakultät
der Freien Universität Berlin.

Promoviert am: 19. Mai 1970

Meinen Eltern



Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41548818_0035

Inhaltsverzeichnis

1.	Einleitung	S.	1
2.	Literaturübersicht	S.	4
3.	Material und Methoden	S.	16
3.1.	Dosierung	S.	17
3.2.	Trituration	S.	19
3.3.	Kondensation	S.	19
3.4.	Überschneiden mit dem Mikrotom	S.	19
3.5.	Markierung der Prüfkörperoberfläche	S.	20
3.6.	Abdrucktechnik	S.	20
3.7.	Direkte Oberflächenaufnahmen	S.	22
3.8.	Ätzlösungen	S.	22
3.9.	Bruchaufnahmen	S.	23
3.10.	Fehlbedampfung	S.	23
4.	Ergebnisse	S.	24
4.1.	Ausgangslegierungen	S.	24
4.2.	Das Überschneiden mit dem Mikrotom	S.	24
4.3.	Der Einfluß der Trituration	S.	25
4.4.	Der Einfluß der Kondensation	S.	25
4.5.	Der Einfluß der Dosierung	S.	26
4.6.	Identische Bereiche im optischen und elektronenmikroskopischen Bild (ungeätzt)	S.	27
4.7.	Bruchaufnahmen	S.	28
4.8.	Aufnahmen mit dem Durchstrahlungs- Elektronenmikroskop	S.	29
4.8.1.	Splitteramalgam S ₁ unter dem Durch- strahlungs- Elektronenmikroskop	S.	30
4.8.2.	Kugelamalgam K ₁ unter dem Durch- strahlungs- Elektronenmikroskop	S.	30
4.9.	Aufnahmen mit dem Raster- Elektronen- Auflicht- Mikroskop	S.	31

4.10.	Ätzversuche	S. 32
4.10.1.	Die "modifizierte jodine" Ätz- technik	S. 32
4.10.2.	Die "jodine" Ätztechnik	S. 32
4.10.3.	Die "cyanide" Ätztechnik	S. 33
4.10.4.	Die Anätzung mit 30%iger HNO_3	S. 33
4.11.	Fehlbedampfung	S. 34
5.	Diskussion	S. 35
5.1.	Die Gefügebestandteile des Amalgams	S. 35
5.2.	Kritische Betrachtung der Ätzver- suche	S. 37
5.3.	Die Porosität der Prüfkörper	S. 39
5.4.	Fehlbedampfung der Proben 16 und 22	S. 39
5.5.	Der Amalgamierungsprozeß	S. 40
6.	Zusammenfassung	S. 43
7.	Literaturverzeichnis	S. 45

1. Einleitung

=====

Die Dentalamalgame, ausschließlich im Seitenzahnbereich angewendet, zählen zu den hauptsächlichsten restaurativen Materialien in der konservierenden Zahnheilkunde. Die Vorteile liegen vor allem in der Härte, die der Kaukraft widersteht und der relativ einfachen klinischen Anwendung.

In der Metallkunde nehmen sie insofern eine Sonderstellung ein, als sie in die übliche Einteilung der metallischen Werkstoffe nicht hineinpassen. Sie stellen weder eine "Gußlegierung" noch eine "Knetlegierung" dar. Sie werden weder durch einen Schmelz- und Gießvorgang, noch durch einen Prozeß der plastischen Verformung in die für den praktischen Verwendungszweck erforderliche endgültige Form gebracht. Ihre Verarbeitung erfolgt vielmehr im Zwischengebiet flüssig- fest, gewissermaßen im teigigen Zustand. Erst durch die anschließend sich vollziehenden Reaktionen im Werkstoff selbst "erstarren" sie, und erst durch diese Reaktion wandeln sich die flüssigen Anteile in Phasen um, die bei der Gebrauchstemperatur fest sind (54).

Die Herstellung des Metallpulvers erfolgt nach entsprechenden Legierungsrezepten, die hauptsächlich aus Silber und Zinn bestehen, wobei heute ein Silbergehalt von mindestens 65% gefordert wird.

Die herkömmlichen Amalgamfeilungen bestehen in der Regel aus Spänen oder Splintern, die man durch Drehen, Fräsen oder Hobeln aus den gegossenen Legierungsblöcken gewinnt.

Bei den in den letzten Jahren bekannt gewordenen "Kugelamalgamen" handelt es sich um mehr oder weniger runde Legierungspartikel, die durch Versprühen der Legierungsschmelze gewonnen werden (37).

Bekanntlich schließt die Kugelform bei kleinster Oberfläche das größte Volumen ein. Es liegt daher nahe, andere Eigenschaften als bei den herkömmlichen Amalgamen zu erwarten, die ja wegen ihrer unregelmäßigen Form eine wesentlich größere Oberfläche aufweisen. Während in Japan Kugelamalgame schon zu 85% klinisch verarbeitet werden (34), steht die Verbreitung dieser Legierungsform in Deutschland erst am Anfang.

Durch Vermischung und Verreiben von Amalgampulver mit Quecksilber bildet sich bei den gebräuchlichen Amalgamen nach dem Kondensieren eine feste Metallverbindung, die schon nach einer Stunde dem menschlichen Kaudruck standhält.

Aus den meisten bisher über Amalgam erschienenen Arbeiten konnte vieles über seine physikalischen Eigenschaften, wie Dimensionsverhalten, Abbindegeschwindigkeit, Härte usw. und deren Beeinflußbarkeit durch Variierung des Anmischungsverhältnisses, der Anmischdauer und der Kondensierungsart entnommen werden. Dennoch ist bis heute der genaue Mechanismus der Amalgamierung nicht bekannt, obwohl auch auf diesem Gebiet schon viele Versuche unternommen worden sind.

Strukturuntersuchungen an zahnärztlichem Amalgam, die mit lichtoptischen Mikroskopen durchgeführt wurden, boten bisher nur begrenzte Darstellungsmöglichkeiten, die durch das relativ geringe Auflösungsvermögen bedingt waren. Die Entwicklung der Elektronenmikroskopie erlaubt es inzwischen, tiefere Erkenntnisse zu erzielen. Besonders aufschlußreiche Aufnahmen lassen sich mit dem Raster- Elektronen- Auflicht- Mikroskop (9,29) gewinnen, die sogar einen räumlichen Eindruck vermitteln. Das Auflösungsvermögen dieser Geräte ist etwa 1000 fach größer, als das der Lichtmikroskope.

Ausgehend von den Originalpartikeln des Metallpulvers wurden in der vorliegenden Arbeit sowohl mit dem lichtoptischen, als auch mit dem Durchstrahlungs- und Raster- Elektronen- Auflicht- Mikroskop Vergrößerungs- serien von verschiedenen Amalgamprüfkörpern angefertigt, um so einen Einblick in die Mikrostruktur des zahn- ärztlichen Amalgams zu gewinnen, deren Kenntnis Rück- schlüsse auf den Amalgamierungsprozeß erlaubt.

2. Literaturübersicht

=====

Wenn auch bereits 600 Jahre v. Chr. in einer chinesischen Vorschrift über die Herstellung einer Silber- Zinn- Quecksilberpaste zur Füllung zerstörter Zähne (4) berichtet worden sein soll, und in einem Deutschen Rezeptbuch von 1601 (2) eine Herstellungsvorschrift für Kupferamalgam angegeben wurde, so ist doch das zahnärztliche Amalgam, bedingt durch den allgemeinen Aufschwung der Zahnheilkunde, erst seit dem 19. Jahrhundert allgemein bekannt.

Über den Begründer der Amalgamanwendung in neuerer Zeit gehen die Ansichten stark auseinander. Es werden in diesem Zusammenhang die Franzosen R e g n a r t (1818) und T a v e a u (1826), die Engländer B e l l (1819) und die amerikanischen Brüder C r a w c o u r (1833) genannt (4).

Während Mitte des 19. Jahrhunderts noch jeder Zahnarzt sein Amalgam selbst herstellte, und darin auch giftige Salze von Kupfer, Blei oder Zink enthalten waren (32), bestehen heute strenge Herstellungs- und Verarbeitungsnormen (7,21), die bei richtiger Anwendung eine Gefährdung des Patienten ausschließen. Ausnahmen könnten nach B a u m e (3) allergische Reaktionen, wie Ödeme und Dermatiden sein.

Trotz der vielen Jahrzehnte, die inzwischen während der Amalgamuntersuchungen verstrichen sind und in der Mehrzahl Aufschlüsse über das physikalische Verhalten lieferten, sind noch immer nicht alle Unklarheiten über den strukturellen Aufbau des zahnärztlichen Amalgams beseitigt.

Die Ursache der Schwierigkeiten liegt in dem schwer durchschaubaren Verhalten des Amalgams, wenn es aus einer festen, in Pulverform vorliegenden, Metallverbindung unter Einwirkung des bei Zimmertemperatur flüssigen Quecksilbers, eine neue feste Verbindung ergibt. Die physikalischen

und chemischen Eigenschaften dieser Verbindung wie Abbindegeschwindigkeit, Dimensionsverhalten, Endhärte und Korrosionsverhalten lassen sich durch viele Faktoren erheblich beeinflussen, z.B. durch

die chemische Zusammensetzung (Ag-, Sn-, Zn-, Cu-Gehalt),
die Beschaffenheit des Metallpulvers (Splitter-, Span-,
Feilungs-, Folien-, Nadel- oder Kugel-Formen),
die Größe der Legierungspartikel nebst unterschiedlicher
Mischung verschiedener Größen,
das Anmischverhältnis Legierungspartikel: Quecksilber,
die Anmischart (manuell oder maschinell),
die Anmischdauer,
die Größe der in die Kavität eingebrachten Füllungsmenge
und die Art und Dauer der Kondensierung.

Die in der Literatur auffindbare Vielzahl unterschiedlicher Untersuchungsergebnisse erscheint daher nicht verwunderlich.

P e t r e n k o (36) berichtet bereits 1907 über unterschiedliche Anschauungen über die Legierungsverbindung des Silbers mit Zinn. Sowohl die Verbindung Ag_3Sn , als auch Ag_4Sn werden angegeben. Die von J o y n e r (24) durchgeführten thermischen Analysen ergeben, daß alle Mischungsverhältnisse von Silber mit Zinn bis zu einem Silbergehalt von 75% aus der Verbindung Ag_3Sn und einer eutektischen Mischung bestehen.

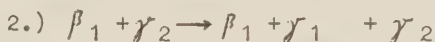
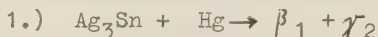
M c B a i n und J o y n e r (33) stellen als erste eine Gleichung für die Amalgamierung auf, nach der das Quecksilber wie folgt mit der Ausgangslegierung reagieren soll:



Daran anschließende Untersuchungen von K n i g h t und J o y n e r (27 und 28) weisen u.a. auf das Phänomen der "Alterung" hin. Es wurde festgestellt, daß frische Feilung

die doppelte Menge Quecksilber zur Amalgamierung benötigt, gegenüber einer bei 100°C für $1/2$ Stunde "gealterten" oder auch bei Raumtemperatur über mehrere Monate gelagerten. In Zustandsdiagrammen des ternären Systems Silber-Zinn-Quecksilber zeigen sie das Verhalten der Elemente bei unterschiedlichen Temperaturen (63° , 90° , 166° und 214°C).

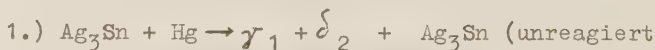
G a y l e r lieferte umfangreiche Untersuchungen (10 bis 17) über Amalgame. Sie beschreibt das Legen der Füllungen, Dimensionsveränderungen, thermische und chemische Analysen, metallurgische und Röntgenbeugungsmethoden. Nach M c B a i n und J o y n e r (33) stellt sie eine neue komplizierte Reaktionsgleichung auf:



wobei $\beta_1 + \gamma_1$ definiert wurden, als beta- und gamma-Phase des Silber-Quecksilber-Systems und γ_2 als die gamma-Phase des Zinn-Quecksilber-Systems. Wenn die Feilung Kupfer enthielt, fand sie eine gering ausgebildete Menge Cu_3Sn .

Sie zeigt unter anderem (16) typische Mikrostrukturen und weist auf die Schwierigkeiten beim Polieren, das Stumpfen und die unterschiedliche Härte hin.

Eine Veränderung der G a y l e r 'schen Gleichung wurde später auf Grund von Röntgenbeugungsuntersuchungen von T r o i a n o (48) vorgeschlagen:



wobei γ_1 als Ag_3Hg_4 und δ_2 als Sn_7Hg definiert wurden.



Als Erklärung für die Expansion beim Abbindevorgang gibt er ein dendritisches Wachstum der γ_1 -Phase verbunden mit einer fortschreitenden Lückenbildung an, während die Kontraktion durch einen Niederschlag von σ_2 in den Zwischenräumen der γ_1 -Dendriten erklärt wird, der das Bestreben habe, die Lücken auszufüllen.

Ausgehend von dieser Gleichung wurde bei den späteren mikroskopischen Gefügeuntersuchungen anderer Forscher immer wieder versucht, diese Gefügebestandteile einzeln darzustellen.

Für die chemische Reaktion gibt T r o i a n o folgende Formel an:



Erklärend fügt er hinzu, daß etwa 64% Quecksilber nötig wären, um mit dem angebotenen Ag_3Sn vollständig zu reagieren. Da aber nur etwa 50% Quecksilber in Wirklichkeit in der Praxis zugegeben werden, folgert er, daß unreaktierter Ag_3Sn übrig bleiben muß.

Diese im letzten Satz geäußerten Überlegungen entsprechen den bereits 1929 von L o e b i c h und N o w a c k (30) gemachten Untersuchungen. Zur kritischen Betrachtung der von G a y l e r und T r o i a n o gemachten Untersuchungsergebnisse sei hier ein Auszug von L o e b i c h (1940) (31) gegenübergestellt:

"Die Erhärtung der Zahnamalgame ist eine Umsetzung, die nicht mit der während der Abkühlung flüssiger Legierungen auftretenden Kristallisation verglichen werden kann. Eine Schmelze kristallisiert nur, solange ihr Wärme entzogen wird. Die Erhärtung der Zahnamalgame ist zwar mit peritektischen Umsetzungen insofern verwandt, als in beiden

Fällen eine flüssige Phase mit einer oder mehreren festen Phasen reagiert. Während die Umsetzung bei der peritek-tischen Reaktion aber von Wärmeentzug abhängt, erhärten die Zahnamalgame auch ohne Wärmeentzug.

Man kann daher die bei der Kristallisation von Schmelzen gewonnene Anschauung nicht ohne weiteres auf die Zahnamalgame anwenden. Man findet aber bis in die neueste Zeit herein die Vorstellung, daß bei den plastischen Silber-Zinn-Amalgamen das Silber und Zinn im Quecksilber sich löst und als Silber-Quecksilber-Phase bzw. Zinn-Quecksilber-Mischkristall wieder auskristallisiert.

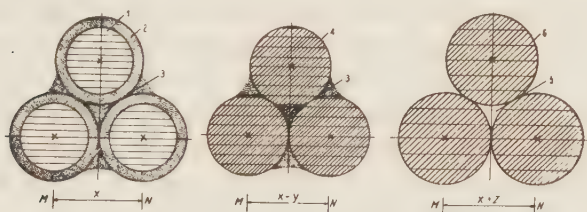
Daß die Erhärtung nicht mit einer derartigen Wiederauskristallisation verknüpft ist, geht aber aus Gefügebildern deutlich hervor "(30) . "Man sieht darauf niemals die Drit-ten der Silber-Quecksilberphase, deren primäre Entstehung A.R. T r o i a n o voraussetzt, sondern immer eine unregel-mäßige Verteilung von silberhaltigen und silberfreien Kristalliten. Die Größe der silberhaltigen Kristallite hängt unmittelbar mit der Größe des Ag_3Sn -Kornes in der ange-wandten Silber-Zinn-Feilung zusammen. Man muß also schlie-ßen (Z. Zahntechn. u. Zahnheilkunde (1932) Heft 2), daß die Erhärtung nicht über die Auflösung des Silbers und Zinns und Wiederauskristallisierung der Amalgame verläuft, sondern, daß das Quecksilber in die Silber-Zinn- Körner hinein diffundiert und chemisch gebunden wird. Das pla-stische Amalgam ist ein Gemenge von Silber-Zinn-Teilchen und flüssigem Quecksilber, das wie ein Schmiermittel zwischen den Silber-Zinn-Teilchen liegt. Mit dem Ver-schwinden des Quecksilbers infolge der Diffusion nimmt die Knetbarkeit der Masse ab; das Amalgam erhärtet".

Die Längenzunahme der Amalgame wird, wie auch schon bei G r a y (18), mit einer Porenbildung erklärt, die demnach keine eigentliche Volumenzunahme darstellt.

Gray (19) war es auch, der schon 1923 auf die Bedeutung der Teilchengröße hinwies. Er konnte feststellen, daß die Ausdehnung des Amalgams bei abnehmender Teilchengröße immer geringer wird. Diese Beobachtungen werden später auch von Jarabak (23), Smith (46) und Crowell und Phillips (5) bestätigt.

Die Menge der ausgebildeten Poren wurde in jüngerer Zeit in einer Arbeit von Schoch und Loeblich (45) mit 6 bis 7% angegeben.

Durch Ilg (22) wurden die Überlegungen von Loeblich (31) in folgendem Schema zusammengefaßt:



Schematische Darstellung der Amalgamhärtung.

- 1 = unverändertes Legierungsteilchen kurz nach dem Anrühren des Amalgams,
- 2 = Quecksilberschale um 1,
- 3 = unverändertes Quecksilber in den Zwischenräumen zwischen den einzelnen Legierungsteilchen,
- 4 = nach Eindiffundieren der Quecksilberschalen verändertes Legierungsteilchen,
- 5 = leere Zwischenräume
- 6 = durch Aufnahme der Quecksilberschalen und des Quecksilbers aus den Zwischenräumen verändertes Legierungsteilchen.

1.) M und N stellen die Zentren zweier Legierungspartikel mit dem Abstand x dar. Die Legierungspartikel berühren sich nicht (!), da sie von einem Quecksilberfilm umgeben sind.

2.) In der ersten Phase der Erhärtung findet eine Diffusion des Quecksilbers in die Legierungskugeln statt, wobei es zu einer Ausdehnung der Legierungskugeln durch Quecksilberaufnahme kommt. Diese Ausdehnung kann jedoch nicht völlig für den Dimensionsverlust durch das Verschwinden der "Schmierfilm"-Quecksilber-Kugelschalen aufkommen, so daß durch die Oberflächenspannung des in den "Zwickeln" noch vorhandenen Quecksilbers die vergrößerten Legierungskugeln

zusammengehalten werden und sich jetzt berühren. Die Zentren der Legierungskugeln M und N sind etwas zusammengedrückt und haben jetzt den Abstand " x - y " von einander (anfängliche Kontraktion des Amalgams)! In diesem Stadium der Amalgamerhärtung wäre also alles "Schmierfilm-Quecksilber" aufgebraucht.

3.) Anschließend findet eine weitere Volumenzunahme der Legierungspartikel durch Aufnahme des in den "Zwickeln" vorhandenen Quecksilbers statt. Da diese Legierungskugeln nach dem Verschwinden der "Schmierfilm"-Kugelschalen direkten Kontakt genommen haben, kommt es jetzt durch die weitere Volumenzunahme zu einem Auseinanderrücken der beiden Zentren M und N, so daß schließlich nach völligem Diffundieren des "Zwickel-Quecksilbers" der Abstand der beiden Zentren M und N "x + y" beträgt (Expansion des Amalgams)!

Den chemischen Vorgang beschreibt L o e b i c h (30 und 32) mit den beiden Gleichungen:



Durch Röntgenbeugungsmethoden identifizieren F r a n k e l und F r a n k u c h e n (8) die Silber-Quecksilber-Phase als Ag_2Hg_3 und berichten, daß sie in kleinen Mengen die Komponente Cu_3Hg_4 im erhärteten Amalgam gefunden haben. Sie geben an, daß keine Zinn-Quecksilber-Phase gebildet wurde, aber das Quecksilber in dauerhafte Lösung mit dem Zinn ging.

R y g e , M o f f e t und B a r k o w (42) fanden im Gegensatz dazu bei ihren Untersuchungen mit einem Röntgenfeinstruktur-Goniometer sowohl die γ_1 -, als auch die γ_2 - Phase kristallin ausgebildet und demonstrieren durch Intervallaufnahmen (1,10 und 32 Stunden nach der Politur der Proben) das Kristallwachstum.

Bei gleicher Arbeitsmethodik gelangt W i n t e r h a g e r (54) zu ähnlichen Ergebnissen. Er beobachtet, daß 570 Minuten nach Beginn des Anrührens praktisch keine γ - Phase mehr zu sehen ist. Die Erklärung hierfür dürfte bei seiner Arbeitsmethodik in einem Überwachsenwerden der γ - Phase durch γ_1 - und γ_2 -Kristalle liegen, denn W i n g und R y g e (52) weisen in ihren Röntgenbeugungsversuchen alle drei Phasen nach.

Neben den Untersuchungen mit Röntgenstrahlen haben auch in neuerer Zeit viele Versuche stattgefunden, die Amalgamstruktur mikroskopisch zu enthüllen.

V o g e l und B ä c h s t a e d t (50) benutzen wegen der gröberen Gefügeausbildung hierfür langsam erkaltete Reguli einer 50%igen Silber- Zinn- Legierung, die sich im mikroskopischen Bild primär aus Ag_3Sn und sekundär aus einem aus fast reinem Zinn bestehenden Eutektium bestehend erwiesen. Diese wurden für 24 Stunden in Quecksilber gelegt und anschließend für 4 bis 5 Tage sich selbst überlassen. Danach wurden die Reguli quer durchschnitten, poliert und das Gefüge untersucht. Bei Betrachtung der angeschnittenen Querschnitte vom Inneren zum Rande zu konnten sie verschiedene Übergänge beobachten: zuerst wurde das ursprünglich helle Eutektium, hier als γ_2 gedeutet, angegriffen und dadurch dunkler, während die Primärkristalle (Ag_3Sn) noch unverändert waren. Etwas weiter außen erwiesen sich auch diese Kristalle als verändert. Von ihren Rändern her waren vereinzelt helle Dendriten, die als Ag_3Hg_4 - Phase gedeutet wurden, in das Innere hineinwachsen. Außerdem wurden zahlreiche dunkle Punkte in den Ag_3Sn - Kristallen entdeckt, die als Beginn einer Umwandlung angesehen werden.

Bei Versuchen mit einer 67% Silber enthaltenden Silber- Zinn- Legierung konnten sie eine deutliche Vergrößerung der Mengenanteile von stabförmigen Gefügebestandteilen (Ag_3Hg_4) und eine schnellere Umwandlung der Ag_3Sn - Kristalle beobachten.

In Untersuchungen von S m i t h , F e r g u s o n und S c h o o n o v e r (47) wird von ähnlicher Strukturausbildung bei Anwendung von elektrolytischer und Säureätzung mit 30%iger Salpetersäure berichtet. Sie sind der Ansicht, daß unterschiedliche Triturationszeit keine Veränderungen im Gefüge bewirkt, während unterschiedlicher Quecksilberanteil die Strukturausbildung beeinflusst. In ihren Bildern wird unreaktierte Feilung von einer weicheren (durch einen Ritzhärtestest bewiesen) "Matrix" umgeben gezeigt.

S c h m i t t (43) untersucht neun handelsübliche Amalgamsorten und zehn verschiedene Ätzmethode. Bei der metallographischen Präparation wird auf Schmirgelpapier verzichtet und statt dessen die von R e i n a c h e r (39 und 40) empfohlene Methode des Überschneidens der Proben mit einem Mikrotom angewandt. Auch er berichtet, daß die Matrix nur aus γ_2 besteht, während γ_1 in mehr oder weniger stäbchenähnlicher Form in die Ausgangslegierungspartikel hineingewachsen ist.

In der Arbeit von A l l a n , A s g a r und P e y t o n (1) wird die von S c h m i t t (43) als gut befundene Ätzmethode (7 Minuten 10%ige HCl und 90 Sekunden Fe Cl_3) mit dem Hinweis abgelehnt, daß sie die γ_2 -Phase zerstöre, die γ_1 -Phase nicht detailliert darstelle, und somit Artefakte in die Struktur bringe. Sie empfehlen vielmehr eine sogenannte "jodine"-Ätzung, die die drei Phasen besser zur Darstellung bringe. Mit einem Mikroprobenanalysator (Mikrosonde) finden sie bei rein qualitativen Untersuchungen Spuren von Silber, Zinn, Quecksilber und Kupfer. Die γ_2 -Phase wird als Mischung von Zinn-Quecksilber- und Kupfer-Quecksilber-Phasen angegeben.

Die "cyanide"-Ätzmethode wird von W i n g (51) und W i n g und R y g e (52) propagiert. Ihrer Ansicht nach übertrifft sie die bisher benutzten Ätzmittel. Diese "cyanide"-Methode wird jedoch von A l a n u.a. (1) insofern kritisiert, als sie einen nicht genügend guten Kontrast zwischen den einzelnen Phasen ergebe. Bei W i n g

(51) erscheint dieser Kontrast hingegen nach eigenen Beobachtungen ausreichend vorhanden zu sein.

Neben lichtoptischen Bildern liefert S c h n u c k (44) erstmalig auch elektronenmikroskopische Aufnahmen, die er mit einem Durchstrahlungs- Elektronenmikroskop erzielt hat. Zur Gefügedarstellung benutzt er die sogenannte Relief-politur mit einem speziell präpariertem Leder. Eine An-ätzung erübrigt sich hierbei. Über ähnlich gute Ergebnisse berichtet er bei Anwendung eines Mikrotoms mit anschließender Essigsäureätzung (50%ige Essigsäure für eine Minute). Seine Strukturbilder weisen hellere und dunklere Bereiche neben schwarzen auf. In den dunkleren Bezirken lassen sich außerdem noch hellere Körnchen erkennen. Ausgehend von der Überlegung, daß die härteren Strukturelemente nach dem Reliefpolieren glatter als die weicheren zur Darstellung kommen, ordnet er die helleren Bezirke der γ -Phase, die dunkleren der γ_2 -Phase und die helleren Körnchen in den dunkleren Strukturen der γ_1 -Phase zu. Die schwarzen Bereiche werden als Poren gedeutet. Bei der Beurteilung der elektronenmikroskopischen Bilder betritt er völliges Neu-land und stellt daher eher Vermutungen über die Zuordnung der einzelnen Strukturen an, als daß er definitive Be-weise liefern kann.

In vergleichenden Untersuchungen mit dem optischen und dem Elektronenmikroskop weist Y a n g (56) nach, daß nach der Politur die im optischen Mikroskop dunkel erscheinenden Bereiche mit dem Elektronenmikroskop als rauhe Zonen identifiziert werden können. Nach der Anätzung erschienen diese Regionen auch im Elektronenmikroskop als Lücken. Mit einer "modifizierten" jodinen Ätzlösung (die von A l l a n u.a. (1) angegebenen Lösungen auf ein Viertel verdünnt und entsprechend kürzer angewandt) stellt er die drei Phasen γ , γ_1 und γ_2 dar. Ihre unterschiedliche Härte wird mit einem Mikrohärtester demonstriert.

Unter Bezug auf Yang's Untersuchungen berichten auch Greener, Grant und Meshii (20) über die Anwesenheit der drei Phasen.

Kyselova, Vahl und Zajiček (29) untersuchten zwei Amalgamsorten mit 50 % und 67 % Silber-Gehalt, sowohl lichtmikroskopisch, als auch mit dem Raster-Elektronen-Auflicht-Mikroskop (Stereoscan). Mit Hilfe der Mikrosonde war es ihnen möglich, durch rückgestreute Elektronen, sowie durch Röntgenemission die örtliche Verteilung der Elemente in mikroskopischen Dimensionen zu bestimmen. Wesentlich erscheint hier der Nachweis einer Phase, die Kupfer, Zinn und Zink enthält. Ferner wurden kleine Bereiche gefunden, die offenbar nur Kupfer enthielten.

Mit der Entwicklung von kugelähnlichem Amalgampulver ergab sich ein neues Gebiet der Amalgamforschung. Neben den zu erwartenden physikalischen Eigenschaften, die erstmalig von Demaree und Taylor (6) untersucht wurden und vor allem eine geringere Anfälligkeit gegenüber den Verarbeitungsmethoden zeigten, bot diese Teilchenform auch gegenüber den vielgestaltigen Spantypen eine bessere Interpretationsmöglichkeit im mikrostrukturellen Aufbau.

Daß kugelähnliche Partikel auch nach der Amalgamierung ihre ursprüngliche Form behalten, zeigt sich in den Arbeiten von Allan u.a. (1) sowie Wing und Ryge (53). In der sogenannten Matrix werden zwei verschieden harte und von unterschiedlicher Oberfläche gekennzeichnete Strukturelemente dargestellt. Auch die kugelförmigen Partikel selbst erschienen im abgebundenen Amalgam zweiphasig und werden als die intermetallische Komponente Ag_3Sn (γ) und eine wahrscheinlich höher schmelzende Komponente (β -Phase) gedeutet.

Dieser Literaturüberblick mag verdeutlichen, welche Vorstellungen über den Vorgang der Amalgamierung und das Amalgamgefüge bestehen. Bedingt durch die unterschiedlichsten Untersuchungs- und Verarbeitungsmethoden der Ausgangslegierung erscheint die große Zahl unterschiedlicher Anschauungen und Ergebnisse nicht verwunderlich!

Die Weiterentwicklung der Elektronenmikroskope und das Vorliegen von sogenannten Kugelamalgam, dessen Verarbeitung in Deutschland erst am Anfang steht, gaben den Anlaß , mit neueren Geräten und Materialien den Versuch zu unternehmen, Anschluß an die Amalgamforschung zu gewinnen.

3. Material und Methoden

=====

Für die vorliegenden Untersuchungen wurden hauptsächlich Prüfkörper aus dem Spanamalgam "Standalloy" (S_1) der Firma Degussa und einem noch nicht im Handel erhältlichen kugelhähnlichen Amalgam (Degussa) (K_1) hergestellt. Daneben wurden auch einige Proben vom "Spheraloy" (Fa. Kerr/USA), einem Kugelamalgam in Tablettenform (K_2) und vom "fine grain" (Degussa), (S_2) einem Spanamalgam mit geringer Teilchengröße, angefertigt.

Um einen Eindruck von den Größenverhältnissen der einzelnen Originalpartikel zu erhalten, wurden zunächst sowohl mit dem Auflichtmikroskop (Ultaphot mit Auflichtvorsatz der Fa. Leitz), als auch mit dem Scanning Elektron Microscope JSM- 2 (Japan Elektron Optics Laboratory Co., LTD), einem Raster- Elektronen- Auflicht- Mikroskop, Aufnahmen von den Legierungspartikeln und beim K_2 von einer Tablette angefertigt. In Kunststoff (Methacrylat) eingebettete und anschließend grob angeschliffene Legierungspartikel von S_1 , S_2 und K_1 ergaben dann auch ein Vorstellungsvermögen über ihr Vorliegen im Querschnitt.

Aus autopolymerisierendem Kunststoff (Paladur, Fa. Kulzer) wurden quadratische Blöcke von 15 mm Seitenlänge, 5 mm Höhe und einem zentralen zylindrischen Hohlraum von 5 mm Durchmesser hergestellt.



Kunststoffform für die Amalgamprüfkörper

Diese Abmessung wurde einerseits gewählt, um im Bereich einer zahnärztlichen Füllung zu bleiben und andererseits, um für die folgenden Untersuchungen eine geeignete Prüf-körpergröße zu gewinnen.

3.1. Dosierung

Die Proben werden nach folgendem Schema hergestellt:

1.)	Feilung	:	Hg	=	1	:	1	] handgemischt	} Standalloy (S ₁)
2.)	"	:	"	=	7	:	5		
3.)	"	:	"	=	5	:	7		
4.)	"	:	"	=	1	:	1	] maschinell gemischt	
5.)	"	:	"	=	7	:	5		
6.)	"	:	"	=	5	:	7		
7.)	"	:	"	=	Dosator			] maschinell gemischt	} Kugelamalgam (K ₁)
8.)	"	:	"	=	8	:	10		
9.)	"	:	"	=	12	:	8		
10.)	"	:	"	=	Dosator			] handgemischt	
11.)	"	:	"	=	8	:	10		
12.)	"	:	"	=	12	:	8		

handkondensiert

13.)	Feilung	:	Hg	=	1	:	1	} Standalloy (S ₁)
14.)	"	:	"	=	7	:	5	
15.)	"	:	"	=	5	:	7	
16.)	"	:	"	=	1	:	1	} maschinell
17.)	"	:	"	=	7	:	5	
18.)	"	:	"	=	5	:	7	
19.)	"	:	"	=	Dosator			} gemischt
20.)	"	:	"	=	8	:	10	
21.)	"	:	"	=	10	:	8	
22.)	"	:	"	=	Dosator			} Kugelamalgam (K ₁)
23.)	"	:	"	=	8	:	10	
24.)	"	:	"	=	10	:	8	

mit Ultraschall kondensiert

25.) 3 Tabletten 15sec. mit + 6 sec. ohne Stößel-
handkondens.

26.) 2 x 3 Tabletten 15 sec. mit + 6 sec. ohne Stößel-
ultraschall kondensiert

Kerr Spheraloy (K₂)

27.) Feilung : Hg = Dosator- masch. gemischt- hand-
kondensiert

28.) Feilung : Hg = Dosator- masch. gemischt- ultra-
schall kondensiert

fine grain (S_2)

Die Dosierung Feilung : Hg erfolgte für die Proben 7,10,19,22 und 25 bis 28 im nach Herstellungsvorschrift eingestellten Dosator, während alle übrigen Dosierungen durch Abwägung mittels Apothekerwaage erfolgten.

3.2. Trituration

Für die 60 Sekunden andauernde manuelle Anmischung wurden Mörser und Pistill aus Porzellan benutzt. Zur maschinellen Anmischung von S₁, S₂ und K₁, die sich über 30 Sekunden erstreckte, diente der Dentomat (Fa.Degussa). Das Kerr Spheraloy wurde 15 Sekunden mit dem Stößel und anschließend 6 Sekunden ohne Stößel im W & G - Kapselmischer trituriert, wobei die Zertrümmerung der Tabletten bei Probe 25 offensichtlich nicht vollständig gelang.

3.3. Kondensierung

Die Amalgamportionen wurden mit einer Amalgampistole in die Kunststoffform eingebracht und bei Handkondensation mit einem 2 und 3 mm Kugelstopfer kräftig kondensiert, während zur maschinellen Kondensation der flache Stopfsatz (2 ϕ mm) für das "Cavitron" (Einstellung: power "med.", tune Nr. 5) benutzt wurde. Für dieses Vorgehen wurde die doppelte Amalgammenge benötigt, da sich erheblich mehr Quecksilber abpressen ließ.

3.4. Überschneiden mit dem Mikrotom

Nach mindestens 36 Stunden Erhärtungszeit wurden die Proben mit einem Metallmikrotom (Fa. Jung) überschritten. Die Vorteile dieses Verfahrens bestehen darin, daß sich während der Präparation die Schliffoberfläche nicht wesentlich erwärmt und auch keine tiefgehende Verformung erfährt. Daneben gewährleistet diese Methode bei inhomogenen Proben ein relativ gleichmäßiges Abtragen aller Anteile, wobei keine Schmirgel- oder Polierkörner eingedrückt werden.

Die so präparierten Schnittflächen lassen ein weniger gestörtes Gefügebild erwarten, zumal die durch das Schneidmesser hervorgerufenen feinen Kratzer nicht tiefer sind, als die durch Schmirgelpapier der Körnung 4/o hervorgerufenen (25, 39, 40). Beginnend mit einer Schichtdicke von 30 wurde nach jeweils 5 Schnitten um 5 reduziert. Die letzten Schnitte wurden dann mit einer Schichtdicke von ca. 1 abgetragen.

3.5. Markierung der Prüfkörperoberfläche

Von den auf diese Weise erhaltenen Prüfkörpern wurden nun die Kunststoffblöcke, die auch zur Schonung der Proben beim Überschneiden dienten, entfernt und um identische Bereiche aufnehmen zu können, mit einer spitzen Sonde Markierungskreuze eingeritzt. Zur feineren Bereichsbestimmung wurden in diese Kreuze zusätzlich noch Eindrücke mit einem Knoop-Diamanten in einem Härtetestgerät gesetzt.

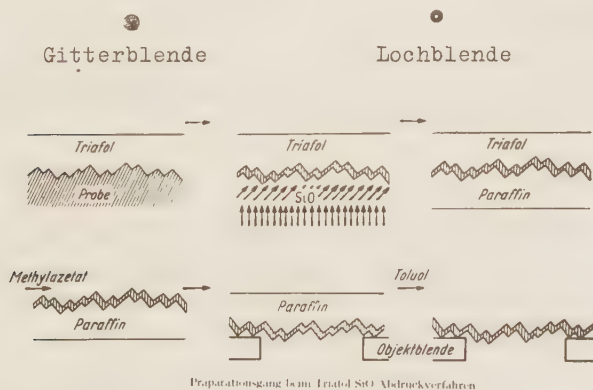
3.6. Abdrucktechnik

Um vergleichbare Oberflächenabdruckbilder sowohl vom licht-optischen-, als auch Elektronenmikroskop zu gewinnen, wurden von allen Proben Abdrücke hergestellt. Als Matrizenmaterial diente "Triafol" (38), eine Kunststoffolie (Farbenfabriken Bayer AG) von 0,1 mm Stärke. Hierbei wird der Prüfkörper mit einem Tropfen Aceton benetzt und ein Stück Triafolfolie darüber gelegt. Das Triafol wird dadurch an der Oberfläche angelöst und im aufgeweichten Zustand durch Kapillarkräfte selbst gegen die Folie gedrückt. Nach drei bis fünf Minuten kann man den getrockneten Triafolabdruck abziehen. Mit dem Lichtmikroskop "Ortholux" konnten dann in Verbindung mit der automatischen Kamera "Orthomat" (Leitz) Serienaufnahmen (45x, 125x, 500x,) angefertigt werden.

Für die elektronenmikroskopischen Aufnahmen wurden die Abdrücke schließlich mit gereinigtem Siliziummonoxyd unter 45° und 90° jeweils 60 Sekunden bedampft (Siemens Bedampfungsanlage) und dann mit Paraffin (Schichtdicke ca.

1/2 bis 1 mm) fixiert. Zur Auflösung der Triafolfolie folgten für jeweils 60 Minuten zwei paraffingesättigte Methylacetatbäder. Nach ca. 12 stündiger Trockenzeit wurde ein etwa 2 mm² großes Stück, das die Knoop- Eindrücke umrahmt von einer vorher auf der Triafolfolie angebrachten Bleistiftmarkierung enthielt, aus dem Paraffinscheibchen herausgeschnitten und auf eine mit "Formvar" (38) befilmte Kupferblende gebracht. Beschwert mit einem kleinen Metallnetz erfolgten für jeweils 2 bis 3 Stunden zwei Toluolbäder zur Auflösung des Paraffins.

Es muß darauf hingewiesen werden, daß diese Methode eine entsprechende Binarbeitungszeit voraussetzt, und daß auch dann nicht alle Abdrücke gelingen! Die anfangs benutzten Gitterblenden wurden später durch Lochblenden mit 1 mm Blendendurchmesser ersetzt, da die Knoop- Eindrücke häufig auf den Querstreben der Gitterblenden lagen.



Bei der Betrachtung im Durchstrahlungs- Elektronen- Mikroskop ergab sich noch eine weitere Gefahr für die Abdrücke. Viele der erhaltenen befilmten Blenden konnten dem Elektronenbeschuß nicht standhalten und verbrannten oder wiesen nach kurzer Bestrahlungszeit Risse auf. In der Mehrzahl erfolgte auch eine Zerstörung beim Auswechseln der Blenden und dem hiermit verbundenen Abbau des Vakuums.

Um die Abdrücke den genannten Gefahren nicht mehrmals auszusetzen, wurde nur mit der Polschuhgröße Nr. 2 gearbeitet. Hiermit konnte das Auflösungsvermögen des Elektronen- Mikroskopes in geeignetem Umfang ausgenutzt werden. Der Nachteil bestand jedoch darin, daß die Betrachtung der Abdrücke mit einer 500 fachen Vergrößerung begonnen werden mußte, was das Auffinden der Knoop- Eindrücke erschwerte.

3.7. Direkte Oberflächenaufnahmen

Direkte Oberflächenaufnahmen wurden mit dem "Ultraphot" (Leitz) mit Auflichtvorsatz und dem nur für kurze Zeit zur Verfügung stehenden Scanning Elektron Microscope (Japan Elektron Optics Laboratory Co., Ltd.) gemacht. Die auflichtelektronenmikroskopischen Aufnahmen konnten mit dem später verfügbaren "Stereoscan" (Cambridge Instrument Comp. L.T.D.) ergänzt werden.

3.8. Ätzlösungen

Aus der großen Zahl der in der Literatur angegebenen Ätzlösungen wurden folgende ausgewählt:

- 1.) Die "cyanide" - Ätzung nach W i n g (51, 52)
- 2.) Die "jodine" - Ätzung nach A l l a n u. a. (1)
- 3.) Die "modifizierte jodine" - Ätzung nach Y a n g (56)
- 4.) Die 30%ige HNO_3

Die "cyanide" - Ätztechnik erfordert zwei Lösungen. Die erste Lösung besteht aus 8% Kaliumcyanid, zu dem 1 g Jod pro 25 ml Lösung hinzugegeben wird. Diese Lösung wird für 5 bis 20 Sekunden auf die Oberfläche der Proben aufgewischt. Danach erfolgt für 5 bis 30 Sekunden das Eintauchen in Lösung zwei, die aus gleichen Teilen von 10%igem Ammoniumhydroxyd und 10%igem Kaliumeisen -III- Cyanid besteht.

Die "jodine" - Ätzung erfordert Kontakt mit mehreren Lösungen. Lösung A enthält 4 g $K_2Cr_2O_7$, 1 g KJ und 100 ml H_2O . Lösung B enthält 4 g J und 96 ml Äthylalkohol. Die dritte Lösung wird als "Hypo" - Rinse angegeben und besteht aus $Na_2S_2O_3 \cdot 5 H_2O$ aufgelöst in Wasser. Die Proben wurden für 20 bis 40 Sekunden mit Lösung A bewischt und in Wasser gespült. Danach wurden sie mit Lösung B für 5 bis 15 Sekunden bewischt. Anschließend erfolgte eine "Hypo" - Spülung, das Waschen in Wasser und das Trocknen.

Bei der "modifizierten jodinen" - Ätztechnik wurden Lösung A und B der "jodinen" - Ätzung auf ein Viertel verdünnt und die Applikationszeiten ebenfalls auf ein Viertel reduziert.

In die 30%ige HNO_3 wurden die Proben für 15 Sekunden eingetaucht.

Da die Proben, bedingt durch die Zeitdifferenz zwischen den einzelnen Untersuchungen, zum Teil eine matte Oberfläche aufwiesen, wurden die Prüfkörper jeweils vor Beginn der Ätzversuche für etwa 2 Minuten mit Tonerde der Korngröße $0,25 \mu$ poliert.

3.9. Bruchaufnahmen

Um einen Eindruck vom inneren Aufbau der Proben zu gewinnen, wurden einige Prüfkörper zerbrochen und mit Hilfe des Raster- Elektronen- Auflicht- Mikroskopes betrachtet.

3.10. Fehlbedampfung

Zum Ende der Untersuchungen kam es bei dem Versuch durch Goldbedampfung eventuell ein besseres Oberflächenrelief zu erhalten, durch einen Schaltfehler zur Überhitzung der Proben 16 und 22. Das Gefüge dieser Prüfkörper zeigte anschließend keine Ähnlichkeit mehr mit dem ursprünglichen Gefügebau!

4. Ergebnisse

4.1 Ausgangslegierungen

Die Abbildungen 1 bis 8 geben einen Überblick über die vom Hersteller gelieferten Amalgampulver bzw. beim Kerr Spheraloy von einer Tablette (Abbildung 7 und 8). Bei diesen auflichtelektronenmikroskopischen Aufnahmen kann eindrucksvoll das Auflösungsvermögen des Gerätes demonstriert werden. Es zeigt sich eine starke Zerklüftung der Oberflächen bei den Spanamalgamen gegenüber einer relativ glatten Oberfläche bei den Kugelamalgamen. In Abb. 9 bis 12 sieht man die unterschiedliche Oberflächenausbildung bei starker Vergrößerung.

Für die in Methacrylat eingebetteten und anschließend angeschliffenen Amalgampulver (Abb. 13 bis 15) erwies sich eine Goldbedampfung zwecks besserer Leitfähigkeit als vorteilhaft. Diese Aufnahmen demonstrieren, wie die noch nicht mit Quecksilber reagierten Amalgampulver im Querschnitt aussehen. Während beim Kugelamalgam (Abb. 14) die mehr oder weniger runde Form deutlich zum Ausdruck kommt, weisen die Spanamalgame (Abb. 13 und 15) einen großen Formenreichtum auf!

4.2 Das Überschneiden mit dem Mikrotom

Diese Methode liefert für lichtmikroskopische Aufnahmen eine genügend glatte Oberfläche. Die Arbeitsweise des Mikrotoms in Bezug auf die Anwendung beim Amalgam erlaubt den Vergleich mit einem über in Butter eingebettete Paraffinkugeln streichendem Messer. Hierbei werden je nach Härte der Butter (im Falle der Amalgamproben je nach Hg-Gehalt) die Paraffinkugeln (bzw. unterschiedlich harte Gefügeanteile) entweder herausgebrochen oder quer durchgeschnitten. Die Luftblasen bzw. Poren werden lediglich aufgeschnitten, jedoch nicht verschmiert (siehe Abb. 16) !

Diese Funktionsweise des Mikrotoms muß bei der Interpretation der erhaltenen Oberflächenbilder berücksichtigt werden! Es ist daher speziell im lichtmikroskopischen Bild möglich, daß ein vorhandener Hohlraum sowohl eine echte Pore darstellen, als auch die Stelle markieren kann, in der vorher ein Gefügepartikel gelegen hat.

Der Einfluß von Trituration, Kondensation und Dosierung

Die Beurteilung des Einflusses von Triturations-, Kondensations- und Dosierungsveränderungen erfolgt anhand der lichtmikroskopischen Abdruckbilder, da diese in genügender Anzahl und entsprechender Qualität vorhanden sind.

4.3. Der Einfluß der Trituration (Abb. 17 bis 20)

Sowohl die Handtrituration, als auch die maschinelle Anmischung zeigten bei den einzelnen Amalgamsorten gleiche Oberflächenausbildungen. Gegenüber dem Spanamalgam fiel beim Kugelamalgam eine größere Porenzahl auf. Beim Kerr Spheraloy gelang im Gegensatz zur Probe 26 bei Probe 25 die Zertrümmerung der Tabletten nicht vollständig. Am Ende der Triturationszeit von K_2 war der Metallstößel der Kapsel merklich erwärmt! Ähnliche Beobachtungen wurden auch von V i o h l (49) gemacht, der das K_2 in dem maschinell arbeitenden "Silamat" anmischte.

4.4. Der Einfluß der Kondensation (Abb. 17 bis 25)

Die verwendeten Amalgamsorten ließen sich alle gut kondensieren. Bei den Kugelamalgamen konnte eine leichtere Stopfbarkeit festgestellt werden (siehe auch 26 und 49). Entgegen den Berichten von K l ö t z e r (26) ließen sich die Amalgamformen auch mit den Kugelamalgamen voll ausstopfen, was sich nach dem Entfernen der Kunststoffblöcke zeigte. Die ultraschallkondensierten Prüfkörper

wiesen beim S_1 eine größere und vermehrt auftretende Porenbildung gegenüber den handkondensierten auf. Beim K_1 ließ sich dieser Unterschied nicht in dem entsprechenden Maße feststellen. Für das S_2 und K_2 ergaben sich der jeweiligen Amalgamsorte entsprechend ähnliche Beobachtungen. Da aber von diesen Amalgamen nur wenige Prüfkörper hergestellt wurden, erscheint eine verbindliche Aussage nicht gerechtfertigt.

Bei der Verarbeitung zeigte sich, daß bei einem von der Herstellungsvorschrift abweichenden Verhältnis Legierung: Hg bei den mit Hg-Überschuß angemischten K_1 - Proben eine Handkondensierung ohne Schwierigkeiten möglich war, während die gleichen Mischungsverhältnisse für die Ultraschallkondensierung zu weich erschienen.

4.5. Der Einfluß der Dosierung

Die Auswirkungen unterschiedlicher Dosierung Legierung: Hg werden für das S_1 durch Vergleich der Abb. 22, 25 und 26 und für das K_1 durch Abb. 23, 27 und 28 demonstriert.

Während beim K_1 nur relativ geringe Änderungen in der Gefügebildung bemerkt werden können, zeigt sich beim S_1 dessen Anfälligkeit für Dosierungsveränderungen. Wird das Splitteramalgam zu trocken angemischt, so treten vermehrt große Poren auf. Bei Quecksilberüberschuß, wie z.B. bei Probe 3 (Abb. 29), bildet sich ein feinkörniges Gefüge, dessen Ausbildung bei auflichtelektronenmikroskopischer Betrachtung genauer erkennbar ist (Abb. 30). In den lichtmikroskopischen Abdruckaufnahmen entsteht der Eindruck, als ob das Quecksilber mehr oder weniger vollständig die Legierungspartikel, die in eine griesartige Masse eingebettet erscheinen, durchdrungen hat. Bei der Kugelamalgamprobe Nr. 23 (Abb. 31 bis 33) kann diese Erscheinung sehr deutlich beobachtet werden.

Obgleich die unkorrekt dosierten Amalgamproben teilweise mehr Einzelheiten in ihrer Struktur aufwiesen, wurden für die weiteren Untersuchungen nur Prüfkörper mit korrektem Mischungsverhältnis ausgewählt, um festzustellen, wie das Amalgam in zahnärztlich benutzter Dosierung vorliegt.

4.6. Identische Bereiche im optischen und elektronenmikroskopischen Bild (ungeätzt)

In den Abbildungen 34 bis 37 sind identische Bereiche der Probe 4 (S_1) unter verschiedenen Aufnahmemethoden gegenübergestellt. Um die Bilder richtig vergleichen zu können, muß beachtet werden, daß die Ortholux- und Durchstrahlungs- Elektronenmikroskop- Abbildungen spiegelbildlich vorliegen, da es sich ja um Aufnahmen von Abdrücken handelt. Die Ultraphotaufnahme erscheint durch den benutzten Auflichtvorsatz ebenfalls spiegelbildlich gegenüber dem rasterelektronenmikroskopischen Auflichtbild.

Die Interpretationsmöglichkeiten der hier gezeigten Abbildungen erscheinen nur begrenzt möglich. Neben relativ glatten Flächen können daneben nur unterschiedlich poröse Bereiche gesehen werden, die eine eindeutige Gefüge- deutung zunächst nicht erlauben.

Diese Bilder sollen daher nur die unterschiedlichen Aufnahmemethoden veranschaulichen und einen Eindruck über die Leistungsfähigkeit der einzelnen Systeme vermitteln.

Bei den Ultraphotaufnahmen zeigte sich, daß neben scharf abgebildeten Bereichen häufig unscharfe Gebiete auf den Photos zu sehen waren, die sich jedoch bei mikroskopischer Betrachtung einzeln scharf einstellen ließen. Das Ultraphot diente daher in diesen Untersuchungen wegen seiner einfachen Handhabung in der Mehrzahl der Fälle nur zur Orientierung über die Ergebnisse. Auf die Wiedergabe von Bildern wurde wegen der angeführten Mängel weitgehend verzichtet.

4.7. Bruchaufnahmen mit dem Raster- Elektronen- Auflicht- Mikroskop (JEOL JSM- 2)

Bei den Bruchaufnahmen wurde zunächst von der durch frühere Untersuchungen z.B. Y a n g (56) bestätigten Erkenntnis ausgegangen, daß die einzelnen Phasen in unterschiedlicher Härte vorliegen. Es war daher zu vermuten, daß der Bruch bei den weniger harten γ_1 und γ_2 - Phasen und nicht direkt in der γ - Phase erfolgen würde.

Die Aufnahmen vom S_1 erscheinen zunächst nicht überzeugend, da hier die Legierungspartikel einen großen Formenreichtum aufweisen und entsprechende Zuordnung der abgebildeten Anteile erschwert wird. Dennoch lassen sich die Grenzen einzelner Legierungspartikel bei genauerer Betrachtung gut erkennen. Beim K_1 ist diese Schwierigkeit in dem entsprechenden Umfang nicht gegeben, zumal auch die schon bei den lichtmikroskopischen Aufnahmen gemachte Beobachtung der vermehrt auftretenden Lückenbildung, die hier zu einer größeren Isolierung der einzelnen Legierungspartikel führt, die Deutung der Bruchaufnahmen noch erleichtert. Neben intensiv "verzahnten" Legierungspartikeln lassen sich hier in anderen Bereichen der Bruchoberfläche die ursprünglichen Formen gut erkennen. Bei stärkerer Vergrößerung fallen dann die an der Oberfläche der Legierungspartikel stattgefundenen Veränderungen auf. Es zeigt sich also, daß beim Amalgamierungsprozeß die Ausgangslegierung offensichtlich nur an der Oberfläche angegriffen wird, während die ursprüngliche Form im wesentlichen erhalten bleibt (Abb. 38 bis 43).

Deutet man diese Abbildungen nach der vereinfachten Amalgamierungsformel $\gamma + \text{Hg} \rightarrow \gamma_1 + \gamma_2 + \text{unreagiertes } \gamma$, so wären $\gamma_1 + \gamma_2$ an der Oberfläche der amalgamierten Legierungspartikel zu suchen. Diese Oberfläche erscheint nicht uniform, sondern äußerst vielgestaltig ausgebildet. Für die angeschnittenen Proben ergibt sich daraus, je nach Schnittwinkel, ein noch größerer Formenreichtum.

Die Bruchaufnahmen ermöglichen durch die an ihnen gewonnenen Erkenntnisse ein besseres Vorstellungsvermögen bei der Beurteilung der angeschnittenen Probenoberflächen.

4.8. Aufnahmen mit dem Durchstrahlungs- Elektronen- mikroskop (Elmiskop 1 A)

Bedingt durch die bereits beschriebenen Gefahren, denen die Abdrücke bei Benutzung des Durchstrahlungs- Elektronenmikroskopes ausgesetzt waren, lag der bei kleinster Vergrößerung zur Betrachtung kommende Bildausschnitt in der Größenordnung von etwa 100μ . Auch beim Umschalten auf stärkere Vergrößerungen bestand die Gefahr des Verbrennens der Abdrücke. Etwa 80% der Abdrücke wurden durch diese Umstände noch vor Erzielung brauchbarer Fotografien zerstört! Trotz der hohen Ausschußrate, die sich unter Berücksichtigung der bereits bei der Anfertigung der Abdrücke ausgeschiedenen Präparate noch wesentlich erhöht, scheint der Aufwand jedoch gerechtfertigt. Bei genauer Durchmusterung der Präparate lieferten diese nicht unwesentliche Aufschlüsse über die Gefügeausbildung des zahnärztlichen Amalgams. Da die Abbildungen bedingt durch den recht kleinen Ausschnitt, den sie zeigten, sehr vielgestaltig ausfielen, war es für die Deutung der mit diesem Mikroskop gemachten Aufnahmen wichtig, entsprechend günstig angeschnittene Legierungspartikel zu finden. Unter Berücksichtigung der bei den Bruchaufnahmen gewonnene Erkenntnisse, konnten dann Rückschlüsse auf die erhaltenen Abbildungsergebnisse gezogen werden.

Die Bilder sind von ihrer Bildunterkante her zu betrachten. Erfolgt die Blickrichtung beispielsweise um 90° oder 180° gedreht, so können sich Verzerrungen oder Umkehrungen der Höhenunterschiede ergeben!

4.8.1 Splitteramalgam S₁ unter dem Durchstrahlungs- Elektronenmikroskop

In der Abbildung 44 sind mehrere Legierungspartikel gut getroffen. Sie erscheinen, da es sich um Abdruckaufnahmen handelt, als tiefer gelegene relativ glatte Flächen. Das sich rechts an Abb. 44 anschließende Gebiet wird in Abb. 45 wiedergegeben.

Wie von den Bruchaufnahmen her zu erwarten, erscheinen die Legierungspartikel von anderen Gefügebestandteilen umgeben. Bemerkenswert ist jedoch hierbei deren unterschiedliche Ausbildung! Es lassen sich Gebiete finden, in denen große Kristalle mit gut ausgebildeten Korngrenzen vorkommen (Abb. 46). Diese sind mit großer Wahrscheinlichkeit der γ_1 -Phase zuzuordnen. Daneben können jedoch auch Bereiche gefunden werden, in denen diese Kristalle wesentlich kleiner ausgebildet sind und mit einem aus vielen kleinen Punkten bestehendem Gefügebestandteil vermischt erscheinen. Diese punktförmigen Anteile müßten dann nach der im Kapitel Bruchaufnahmen (S.28) angegebenen vereinfachten Amalgamierungsformel der γ_2 -Phase entsprechen.

4.8.2 Kugelamalgam K₁ unter dem Durchstrahlungs- Elektronenmikroskop

Für das Kugelamalgam K₁ ergeben sich ähnliche Strukturunterschiede. Bei der Durchmusterung der Präparate erschien das Strukturelement, das der γ_1 -Phase zugeordnet wurde, erheblich stärker ausgebildet, als das der γ_2 -Phase entsprechende. Eine Interpretation dieser Beobachtung erfolgt im Diskussionskapitel.

In Abb. 47 und 48 werden angeschnittene Legierungspartikel mit ihrer Umgebung gezeigt. Die Abb. 50 und 51 geben mikroskopische Ausschnittvergrößerungen von Abb. 49 wieder. Hierbei kann auf Abb. 51 das der γ_2 -Phase zugeordnete Strukturelement gezeigt werden.

Die Aufnahmen mit dem Durchstrahlungs- Elektronenmikroskop ergaben die Möglichkeit, die Phasen γ , γ_1 und γ_2 im ungeätzten (!) Zustand getrennt voneinander darzustellen. Etwaige Artefakte, die durch eine Anätzung entstehen können, wurden somit ausgeschaltet. Ähnliche Abbildungen wurden bisher nur nach erfolgter Anätzung veröffentlicht.

4.9. Aufnahmen mit dem Raster- Elektronen- Auflicht- Mikroskop (JSM- 2 bzw. Stereoscan, Abb. 52 bis 55)

Der Vorteil des Raster- Elektronen- Auflicht- Mikroskopes gegenüber dem Durchstrahlungs- Elektronen- Mikroskop liegt vor allem im Fortfall der Präparateherstellung. Die Probenoberfläche kann direkt betrachtet werden. Nach dem Erreichen des Arbeitsvakuum, was nach ca. 2 bis 4 Minuten erreicht war, konnten die Proben bei kleiner Vergrößerung beginnend (beim Stereoscan ab 20 x, beim JSM- 2 ab 100 x) auf dem stark nachleuchtenden Bildschirm (10 x 10 cm) durchmustert werden. Die Mikrofotografien wurden mit Hilfe einer eingebauten Kamera auf einem zweiten Bildschirm gewonnen. Nach einer Belichtungszeit von ca. 30 bis 50 sec. hatte der Elektronenstrahl dann die Probe Zeile für Zeile abgetastet. Die so erhaltenen Aufnahmen ergeben bei entsprechend starker Vergrößerung gute Vergleichsmöglichkeiten mit den vom Durchstrahlungs- Elektronenmikroskop gewonnenen Abbildungen.

Bedingt durch die kurze Zeit, in der die Geräte für diese Untersuchungen zur Verfügung standen, beschränken sich die Aufnahmen auf die durch Knoop- Eindrücke markierten Bereiche der Proben.

Die hier gezeigten Ausschnitte von Probenoberflächen lassen nur die Gefügebestandteile γ (glatte Gebiete) und γ_1 (kuglige Gebiete) klar erkennen. Eine Identifizierung der γ_2 - Phase erscheint auf diesen Ausschnittsabbildungen nicht gerechtfertigt. Die Aufnahmen von

Probe 22 (Abb. 54 und 55) geben ein Gebiet wieder, in dem hauptsächlich die γ_1 - Phase vertreten ist. Die vielgestaltete Ausbildung dieser Phase läßt sich hier gut erkennen.

Es zeigte sich, daß die Raster- Elektronen- Auflicht- Mikroskope bei relativ geringem Arbeitsaufwand sehr gute Oberflächenaufnahmen liefern. Geringe Vertiefungen, die sich im Lichtmikroskop nur unscharf darstellen lassen, können durch das hohe Auflösungsvermögen dieser Geräte klar dargestellt werden. Artefakte , wie sie durch die Abdrucktechnik beim Durchstrahlungs- Elektronenmikroskop oft produziert werden, entfallen. Auf den hier gezeigten Abbildungen können die γ - und γ_1 - Phase deutlich gezeigt werden.

4.10. Ätzversuche

4.10.1. Die "modifizierte jodine" Ätztechnik

Da die "modifizierte jodine" Ätztechnik von Y a n g (56), der daneben auch die "jodine" - und "cyanide" - Ätzmethode untersucht hatte, als günstigste Methode dargestellt wurde, erfolgten die ersten Ätzversuche nach seinen Angaben. Die "modifizierte jodine" Ätztechnik erwies sich jedoch als zu schwach. Bei auflichtmikroskopischer Betrachtung zeigten die Proben im angeätzten Zustand keine nennenswerten Unterschiede gegenüber den mit dem Mikrotom überschrittenen Prüfkörpern. Auf die Wiedergabe von Abbildungen wird daher verzichtet.

4.10.2. Die "jodine" Ätztechnik

Auch mit dieser Methode konnten nicht die von A l l a n u.a. (1) und Y a n g (56) gezeigten Ergebnisse erzielt werden. Die Proben wurden nicht gleichmäßig, sondern nur an ganz wenigen Stellen angeätzt. Hierbei zeigten sich jedoch unterschiedliche Auswirkungen dieser Ätzmethode beim S_1 gegenüber dem K_1 (Abb. 56 und 57). Während das S_1

nur relativ mild angegriffen wurde, konnten beim K_1 viele stark herausgeätzte Bereiche festgestellt werden. Eine weitere Interpretation erscheint wegen der äußerst geringen Anzahl der angeätzten Gebiete nicht gerechtfertigt, zumal bei allen Proben das Vergleichsgebiet mit den darin befindlichen Knoop-Eindrücken von der Ätzung nicht betroffen wurde! Die Möglichkeit einer zufälligen Ausbildung der als angeätzt erscheinenden Gebiete kann daher nicht vollständig ausgeschlossen werden.

4.10.3 Die "cyanide" Ätztechnik

Diese Technik griff die Proben stärker als die beiden vorher beschriebenen an. Beim S_1 können hier speziell bei rasterelektronenmikroskopischer Betrachtung neben relativ glatten Flächen unterschiedlich tief herausgeätzte Bereiche gesehen werden. Eine feinkristalline Gefügebildung, wie sie von W i n g (51, 52) und A l l a n u.a. (1) unter Benutzung dieser Methode gezeigt wird, kann nicht beobachtet werden! Abbildung 58 gibt den Bereich wieder, in dem vorher die Knoop-Eindrücke lagen. Diese sind jedoch bedingt durch das Polieren mit Tonerde nicht mehr sichtbar. In Abb. 59 wird ein mikroskopisch stärker vergrößerter Ausschnitt von Abb. 58 gezeigt.

Die Proben vom K_1 reagieren unterschiedlich auf die "cyanide" Ätzung. Bei Probe 22 tritt eine verstärkte Porenbildung auf, die auf einen zu starken Ätzeffekt schließen läßt (Abb. 60). Probe 7 wird dagegen offensichtlich schwächer angegriffen und weist die in Abb. 61 wiedergegebene Struktur-
ausbildung auf. Unter Berücksichtigung der bei den ELMiskop- und JSM-2-Aufnahmen gewonnenen Erkenntnisse, ließen sich die glatten Flächen der γ -Phase und die strukturiert erscheinenden Gebiete dem Gemisch von γ_1 - und γ_2 -Phasen zuordnen.

4.10.4. Die Anätzung mit 30 %iger HNO_3

Die Salpetersäureätzung erbrachte in dieser Untersuchung die besten Resultate! Sowohl beim S_1 , als auch beim K_1 lieferte sie ähnliche Ergebnisse. Die vielgestaltigen Struk-

turausbildungen lassen sich mit Hilfe des Raster-Elektronen-Auflicht-Mikroskopes sehr gut erkennen.

Die Abbildungen 62 bis 65 veranschaulichen die mit dieser Methode erzielten Ergebnisse. Sie demonstrieren den strukturellen Aufbau des zahnärztlichen Amalgams, wie er sich auch bei den ungeätzten Präparaten unter dem Durchstrahlungs-Elektronenmikroskop, dem Raster-Elektronen-Auflicht-Mikroskop und den Bruchaufnahmen zeigte. Der vielgestaltige Aufbau kann besonders gut durch die Abb. 65 wiedergegeben werden. Diese Aufnahme stellt gleichsam ein kombiniertes Schliff-Bruch-Bild dar, da sich im Zentrum dieser Abbildung offensichtlich ein Legierungspartikel während des Überschneidens mit dem Mikrotom herausgelöst hat.

Die Ätzversuche zeigten, daß die Amalgamsorten unterschiedlich von den einzelnen Ätzmethoden angegriffen werden. Die von anderen Untersuchern mit diesen Methoden erzielten Ergebnisse können in dieser Arbeit nicht voll bestätigt werden.

4.11 Fehlbedampfung

Bei dem Versuch durch Goldbedampfung eventuell eine bessere Gefügedarstellung unter dem Raster-Elektronen-Auflicht-Mikroskop zu erzielen, kam es durch einen Schaltfehler an der Bedampfungsanlage zu einer kurzzeitigen Überhitzung der Proben 16 und 22. Die anschließend gemachten Aufnahmen zeigen ein Gefügebild, das mit der ursprünglichen Gefügebildung in keiner Weise mehr identisch ist (Abb. 66 bis 68).

Hieraus ergibt sich zwangsläufig die Folgerung, daß Gefügeuntersuchungen an zahnärztlichem Amalgam nicht an überhitzten Prüfkörpern vorgenommen werden dürfen, sondern im Temperaturbereich der zahnärztlichen Füllungen liegen müssen. Ansonsten kommt es zu einer von der ursprünglichen Struktur abweichenden Gefügebildung.

5. Diskussion

=====

5.1 Die Gefügebestandteile des Amalgams

Allgemein verbreitet ist die Ansicht, daß das zahnärztliche Amalgam aus den drei Phasen γ , γ_1 , γ_2 und mehr oder weniger vielen Lücken besteht. Unterschiedliche Methoden der Darstellung dieser Bestandteile und unterschiedliche Interpretationen der erhaltenen Gefügebilder waren häufig der Anlaß zu Meinungsverschiedenheiten. Die Mehrzahl der Autoren stieß auf Schwierigkeiten bei der isolierten Darstellung aller drei Phasen. Oft konnten nur zwei Phasen klar gezeigt werden, während über die dritte mehr oder weniger berechnete Vermutungen angestellt wurden.

In der vorliegenden Untersuchung war es erstmalig möglich, mit Hilfe des Durchstrahlungs-Elektronenmikroskopes die drei Phasen im ungeätzten Zustand deutlich zu zeigen (Abb. 44 bis 51). Auf diesen Abbildungen kam die unterschiedliche Struktur der einzelnen Phasen klar zur Darstellung. Bei der Durchmusterung der Abbildungen zeigte sich, daß bei entsprechend günstigem Anschnitt die γ -Phase als relativ glatte Fläche erscheint und von einem Gemisch aus γ_1 und γ_2 umgeben ist. Die γ_1 -Phase zeigt sich hier in polygonalen Formen, während die γ_2 -Phase aus vielen kleinen Punkten zusammengesetzt erscheint.

Ähnliche elektronenmikroskopische Abbildungsergebnisse erzielte Yang (56) erst nach Anätzung mit der von ihm propagierten "modifizierten jodine" Ätztechnik. Es bleibt unklar, warum in dieser Untersuchung die nach Anätzung mit seiner Methode unter dem Lichtmikroskop betrachteten Prüfkörper, die von ihm z.B. in "Fig. 15" gezeigte deutliche Unterscheidungsmöglichkeit der drei Phasen nicht aufwiesen, während andererseits seine elektronenmikroskopischen Aufnahmen erst nach Anätzung zu dem Ergebnis führen, das in der vorliegenden Arbeit schon mit ungeätzten Präparaten erzielt wurde! Bemerkenswert erscheint die Tatsache, daß ihm

In "Fig. 13" trotz unterschiedlicher Darstellung der drei Phasen im lichtmikroskopischen Bild, diese in der elektronenmikroskopischen Abbildung nicht im entsprechenden Maße wie in "Fig. 15" gelingt!

Es konnte weiterhin festgestellt werden, daß neben Bereichen, in denen die γ_1 -Phase von der γ_2 -Phase deutlich getrennt vorkommt, auch solche Gebiete gefunden wurden, in denen beide Phasen stark miteinander gemischt erscheinen und hier die polygonale Form der γ_1 -Phase nicht so deutlich zum Ausdruck kommt (Abb. 45).

Beim K_1 fiel gegenüber dem S_1 die verstärkt auftretende γ_1 -Ausbildung auf. Die Erklärung hierfür dürfte in der von Winterhager und Dreiner (55) beschriebenen Erkenntnis liegen, daß bei geringerem Hg-Gehalt die γ_1 -Phase schneller ausgebildet wird. Dieser Umstand ist beim K_1 (Legierung: Hg = 1:0,8) gegenüber dem S_1 (1 : 1) gegeben. Hieraus dürfte auch die von Viohl (49) beobachtete größere Härte des K_1 resultieren. Interessant erscheint in diesem Zusammenhang die Arbeit von Paffenbarger (35), der über sehr gute Ergebnisse bei Füllungen berichtet, die nur mit einem Hg-Anteil von 25 % angemischt wurden.

In den ungeätzten lichtmikroskopischen Aufnahmen kann eine deutliche isolierte Darstellung der drei Phasen nicht wiedergegeben werden, da das begrenzte Auflösungsvermögen hierzu nicht geeignet ist. Neben den glatten γ -Partikeln kann nur das Gemisch von γ_1 und γ_2 erkannt werden.

Durch die Bruchaufnahmen (Abb. 38 bis 43) ergab sich ein gutes Vorstellungsvermögen über den räumlichen Aufbau des Amalgams. Während die γ_1 -Phase in ihrer polygonalen Gestalt gut erkannt werden kann, erscheint eine eindeutige Identifizierung der γ_2 -Phase auf den hier gezeigten Ausschnitten nicht gerechtfertigt.

5.2. Kritische Betrachtung der Ätzversuche

Die in dieser Studie durchgeführten Ätzversuche konnten bei lichtmikroskopischer Betrachtung nicht befriedigen. Es zeigte sich, daß die Ätzlösungen die Proben nicht gleichmäßig angriffen. Neben ungeätztten Flächen konnten Bereiche gefunden werden, die offensichtlich angeätzt waren. Weiterhin konnte beobachtet werden, daß gleiche Ätzmittel bei verschiedenen Proben zu unterschiedlichen Ätzergebnissen führen können! Derartige Beobachtungen werden auch von S c h m i t t (43) erwähnt. Bei Anwendung einer von einem anderen Autor empfohlenen Ätzmethode gelingt ihm die Reproduktion gleicher Bilder nicht. Von Proben der gleichen Amalgamsorte berichtet er über unterschiedliche Ergebnisse.

Neben den eigenen Erfahrungen fallen derartige Abweichungen auch beim Vergleich der in der Literatur angegebenen Abbildungen auf. Während z.B. die von S c h m i t t (43) angegebene kombinierte $\text{HCl} - \text{FeCl}_3$ - Ätzung bei diesem Autor ein stäbchenförmiges Strukturelement erzeugt und als γ_1 - Phase gedeutet wird, kann diese Form in der Arbeit von K y s e l o v á, u.a. (29) nicht beobachtet werden. A l l a n, A s g a r und P e y t o n (1) dagegen erhalten mit dieser Methode wieder andere Abbildungen. Sie erzielen zwar auch Gefügebestandteile, die von einer stäbchenartigen Struktur durchzogen werden, ordnen sie jedoch der γ - und nicht der γ_1 - Phase zu. Die stäbchenförmigen Ausbildungen werden als Ätzartefakte angesprochen, die eine Struktur nur vortäuschen! Die γ_1 - Phase zeigt sich bei Anwendung der von S c h m i t t empfohlenen Methode auf ihren Abbildungen in einer ganz anderen Form.

Stäbchenförmige Artefakte erhält auch W i n g (51) bei Benutzung von 30%iger HNO_3 . Diese konnten bei den eigenen Untersuchungen mit dieser Lösung jedoch nicht beobachtet werden!

Gleiche Ätzlösungen können also offensichtlich zu unterschiedlichen Ergebnissen führen. Eine mögliche Erklärung ergibt sich vielleicht durch die sicherlich unterschiedliche Zeit zwischen Politur bzw. dem Überschneiden der Proben und der anschließend erfolgten Anätzung. Hierbei kann es geschehen, daß einige Probenoberflächen länger als andere der Lufteinwirkung ausgesetzt sind. Die Veränderungen, die sich hierdurch an der Probenoberfläche abspielen, können eventuell die unterschiedlichen Ätzergebnisse erklären. Es muß hierbei vielleicht gar nicht erst zu dem bekannten Stumpfwerden der Amalgamoberfläche kommen.

In den Arbeiten aus jüngerer Zeit zeigen sich immer wieder Schwierigkeiten bei der deutlichen Darstellung der γ_2 - Phase. Sowohl die mit der "jodine" -, als auch mit der "cyanide" - Ätztechnik erhaltenen Abbildungen können die Struktur dieser Phase nicht überzeugend wiedergeben. Sie erscheint hierbei immer als mehr oder weniger stark herausgelöster Bestandteil und wird bei lichtmikroskopischer Betrachtung ebenso wie die Lücken als dunkler Bezirk abgebildet.

Durch Vergleich identischer Bereiche gelingt es Y a n g (56), die Struktur eines im Lichtmikroskop als dunkel erscheinenden Gebietes, unter dem Elektronenmikroskop darzustellen und als γ_2 - Phase zu deuten. Die Forderung, daß alle dunklen Gebiete der γ_2 - Phase zuzuordnen wären, kann jedoch nicht erhoben werden! Das Vorhandensein von Lücken kann durch die Arbeit von S c h o c h und L o e b i c h (45) und die in der vorliegenden Untersuchung speziell bei den Bruchaufnahmen vom Kugelamalgam K_1 gemachten Beobachtungen nicht bestritten werden.

Da Y a n g (56) seine Phasenhärtemessungen an geätzten Proben unter Kontrolle des Lichtmikroskopes durchgeführt hat, besteht auch die Möglichkeit, daß er bei der Messung der γ_2 - Phase mit dem Vickersdiamanten in echte Lücken eingedrungen ist. Eine Fehlinterpretation kann daher nicht ausgeschlossen werden.

5.3 Die Porosität der Prüfkörper

Es wurde festgestellt, daß sowohl beim herkömmlichen Spanamalgam, als auch beim Kugelamalgam Poren auftreten. Beim Kugelamalgam erscheint bei lichtmikroskopischer Betrachtung die Porenbildung geringfügig vermehrt. Es kann jedoch auch möglich sein, daß die Kugelpartikel beim Überschneiden mit dem Mikrotom leichter herausgerissen werden, als dieses beim Spanamalgam, bedingt durch dessen rauhe Oberfläche, der Fall ist. Eine verstärkte Porenbildung wäre dann nur vorgetäuscht. Im Gegensatz zu R o s t (41) wurde bei Ultraschallkondensierung des Spanamalgams eine Zunahme der Poren beobachtet. Interessant ist jedoch das von diesem Autor berichtete Ergebnis, daß die ultraschallkondensierten Prüfkörper gegenüber den handkondensierten eine wesentlich gleichmäßigere Härte sowohl an der Oberfläche, der Mitte und der Unterseite aufwiesen!

5.4 Fehlbedampfung der Proben 16 und 22

Bei dem Versuch einer Goldbedampfung (siehe S. 23) kam es durch einen Schaltfehler zu einer kurzzeitigen Überhitzung der Proben 16 und 22. Das anschließend betrachtete Gefüge zeigte keine Ähnlichkeit mehr mit dem ursprünglichen Gefügebau. Speziell bei Probe 22 fiel hier die einheitliche Ausbildung von kleinen runden Partikeln auf. Eine physikalische Untersuchung lag jedoch nicht im Rahmen dieser Arbeit. Interessant wäre es jedoch auch hierüber Untersuchungen anzustellen. Möglicherweise ließe sich ein System entwickeln, das ein den zahnärztlichen Anforderungen besser entsprechendes Amalgam liefern würde:

Um eine vollständige Benetzung der Legierungspartikel zu erreichen, könnten diese zunächst mit einem Quecksilberüberschuß angemischt werden. Durch gezielte kurzzeitige Erhitzung des plastischen Amalgams könnte unter einem entsprechenden Vakuum das überschüssige Quecksilber in Dampf- form entzogen werden. Nach erfolgter kurzzeitiger Ab-

kühlung auf Verarbeitungstemperatur würde dann das Kondensieren in der Kavität erfolgen. Die Folge wäre, daß das Amalgam mit einem Minimum an Quecksilber hergestellt wird und so die Ausbildung der unedlen und weichen γ_2 -Phase auf ein Minimum beschränkt werden könnte. Ob sich diese theoretischen Überlegungen in der Praxis durchführen lassen und ob das so erhaltene Amalgam wirklich besser ist, muß durch entsprechende Versuche geklärt werden.

5.5 Der Amalgamierungsprozeß

Bewußt wurde bei der Deutung der Phasen bisher nur von γ , γ_1 und γ_2 gesprochen. Eine chemische Analyse lag ebenfalls nicht im Rahmen dieser Untersuchung. Dennoch erscheint es notwendig, unter Berücksichtigung der von anderen Autoren erzielten Ergebnisse, auf den chemischen Aufbau der Phasen einzugehen.

Aus den Berichten z.B. von Joyner (24), Mc Bain und Joyner (33) und Vogel und Bächstaedt (50) ist bekannt, daß die Amalgamfeilung aus einer Silber-Zinn-Verbindung (Ag_3Sn) = γ und einem zinnreichen Eutektikum besteht. Nach der weitverbreiteten heutigen Ansicht bilden sich unter Zugabe von Quecksilber zwei weitere Phasen, die häufig unter der Bezeichnung $\gamma_1 = \text{Ag}_3\text{Hg}_4$ oder Ag_2Hg_3 und $\gamma_2 = \text{Sn} - \text{Hg} - \text{Mischkristall}$ oder Sn_7Hg angegeben werden. Daneben werden für diese Phasen in der Literatur auch noch andere Bezeichnungen angegeben, auf die hier jedoch nicht eingegangen wird. Von einigen Autoren wird zusätzlich eine kupferhaltige Phase angenommen (z.B. Gayler; Frankel, u.a.; Allan, u.a.; Kysolová, u.a.). Enthielt die Ausgangslegierung auch Zink, so konnte dieses ebenfalls nachgewiesen werden (z.B. Kysolová, u.a.) Ein Vorkommen dieser Metalle ist nach den gültigen A.D.A.- bzw. F.D.I.-Spezifikationen zu erwarten.

Unter Berücksichtigung der heute über das zahnärztliche Amalgam vorhandenen Erkenntnisse, läßt sich der Amalgamierungsprozeß wie folgt beschreiben:

Nach dem Anmischen der Ausgangslegierung mit Quecksilber, reagiert zuerst das zinnreiche Eutektikum mit dem zugesetzten Hg (V o g e l und B ä c h s t a d t) (50). Durch eine Diffusion, die wahrscheinlich in beide Richtungen, vielleicht nach einer Seite verstärkt, verläuft, wird zuerst die χ_2 -Phase gebildet, die für eine anfängliche Kontraktion verantwortlich ist. Die Expansionskurven von W i n t e r h a g e r (54) und V i o h l (44) unterstreichen diesen Vorgang. Nur kurze Zeit später beginnt, ebenfalls durch Diffusion, die Ausbildung der χ_1 -Phase. Die von ihr ausgehende Expansion kann zunächst die durch die χ_2 -Phase bewirkte Kontraktion nicht auffangen. Erst durch die langsam vermehrt einsetzende Ausbildung der χ_1 -Phase kommt es später zu der beobachteten Endexpansion des Amalgams. Hierbei scheint eine größere Affinität des Quecksilbers zum Silber zu bestehen, denn bei Quecksilberreduzierung kommt es zu einer verstärkten χ_1 -Ausbildung (W i n t e r h a g e r) (55). Auf die Tatsache, daß die Endexpansion auch von der Größe der Legierungspartikel und deren Silbergehalt, sowie von der Art der Zubereitung und Verarbeitung des plastischen Amalgams abhängig ist, wurde schon in der Literaturübersicht hingewiesen.

Die ungleichmäßige Ausbildung der Phasen kann einerseits durch ein bestehendes Diffusionsgefälle erklärt werden und andererseits durch das von W i n t e r h a g e r (54) beobachtete Kreuzen der Bildungsintensitätskurven.

Die Ausbildung von Poren ist sicherlich durch Kondensierungsfehler bedingt. In welchem Ausmaß das von I l g (22) nach Untersuchungen von L o e b i c h angegebene Amalgamierungsschema noch zusätzlich Lücken bildet, kann nicht beurteilt werden.

Andere Metalle, wie Cu und Zn, wurden in diese Vorstellungen vom Amalgamierungsprozeß der Einfachheit halber nicht mit einbezogen. Ihre Existenz ist jedoch in einigen Amalgamsorten nicht zu verleugnen. Die bisher über diese Metalle gewonnenen Erkenntnisse erlauben jedoch nicht, eine gültige Aussage über ihre Reaktionen beim Abbindevorgang zu machen.

Den Amalgamierungsprozeß unter gleichzeitiger Registrierung der vorhandenen Elemente genauer zu untersuchen, scheint durch die Anwendung und noch zu erwartende Verfeinerung der Raster-Elektronen-Mikroskope möglich zu werden. Ob bei frisch hergestellten Prüfkörpern eine Veränderung des Abbindevorganges durch das Arbeitsvakuum dieser Geräte bewirkt wird, bleibt abzuwarten.

6. Zusammenfassung

Unter Benutzung von optischen Auflicht- und Durchstrahlungs-Mikroskopen, sowie durch Untersuchungen mit dem Durchstrahlungs-Elektronenmikroskop und dem Raster-Elektronen-Auflicht-Mikroskop wurde das Gefüge von zahn-ärztlichem Amalgam dargestellt.

In der Mehrzahl wurden Proben von einem herkömmlichen Spanamalgam und einem noch nicht im Handel befindlichen Versuchsamalgam mit kugelähnlichen Legierungspartikeln untersucht.

Neben unterschiedlicher Dosierung (Legierung : Hg) wurde der Einfluß von manueller und maschineller Anmischung und der von Hand- und Ultraschall-Kondensierung auf die Gefügestruktur hin untersucht.

Mit dem Raster-Elektronen-Auflicht-Mikroskop konnten Aufnahmen von Bruchpräparaten gewonnen werden.

Die metallographische Präparation der Prüfkörper erfolgte durch Überschneiden mit dem "Jung"-Mikrotom. Es wurden vier Ätzlösungen angewandt:

- 1.) die "modifizierte jodine" Ätztechnik nach Y a n g ,
- 2.) die "jodine" Ätztechnik nach A l l a n , u.a.,
- 3.) die "cyanide" Ätztechnik nach W i n g und
- 4.) 30 %ige HNO_3

Die Untersuchung erbrachte folgende Ergebnisse:

- 1.) Neben der leichteren Stopfbarkeit konnte beim Kugelamalgam gegenüber dem herkömmlichen Amalgam eine geringere Abweichung im Gefügeaufbau bei unterschiedlicher Dosierung und Kondensierung festgestellt werden. Eine unter-

schiedliche Gefügeausbildung bei maschineller und von Hand durchgeführter Trituration konnte nicht beobachtet werden.

2.) Die Bruchaufnahmen ergaben einen guten räumlichen Eindruck über den inneren Aufbau des Amalgams.

3.) Mit optischen Mikroskopen ließen sich bei ungeätzten Proben nur die γ -Phase und das Gemisch von γ_1 - und γ_2 -Phasen darstellen.

4.) Mit Hilfe einer entsprechenden Abdrucktechnik war es unter dem Durchstrahlungs-Elektronenmikroskop möglich, die Struktur der drei Phasen an ungeätzten Präparaten zu zeigen.

5.) Auf den mit dem Raster-Elektronen-Auflicht-Mikroskop erhaltenen Bildern war es, bedingt durch die kurze Zeit, in der diese Geräte nur zur Verfügung standen, nicht möglich, die γ_1 - von der γ_2 -Phase isoliert darzustellen. Diese Möglichkeit scheint jedoch mit diesen Geräten gegeben.

6.) Die benutzten Ätzmethoden konnten in dieser Untersuchung nicht die in sie gesetzten Erwartungen erfüllen.

7. Literaturverzeichnis
=====

- 1.) Allan, F.C., Asgar, K. u. Peyton, F.A.
Microstructure of Dental Amalgam
J. Dent. Res., 44 : 5, 1002-1012, (1965)
- 2.) Baume, L.J.
Amalgamfüllung Anno Domini 1601
Österr. Z. Stomatol., 55 188, (1958)
- 3.) Baume, L.J.
Strittige Fragen der konservierenden Zahnheilkunde in amerikanischer Sicht: Amalgam, caries profunda.
Dtsch. zahnärztl. Zschr., 10, 715, (1955)
- 4.) Chu Hsi Tao
Silberamalgam - über 2500 Jahre alt.
Chinese Med. J., 553-555, (1958)
Ref. n. Zä Praxis, 9 : 18, 216, (1958)
- 5.) Crowell, W.S. u. Phillips, R.W.
Physical Properties of Amalgam as influenced by Variation in Surface Area of the Alloy Particles.
J. Dent. Res., 30, 845 - 853, (1951)
- 6.) Demaree, N.C. u. Taylor, D.F.
Properties of dental amalgams made from spherical alloy particles.
- 7.) FDI-Spezifikation Nr. 1
Zahnärztl. Mitt., 57, 13 (1967)
- 8.) Frankel, C.B. u. Frankuchen, I.
An Investigation of the Chemistry of Dental Amalgam by Roentgen Diffraktion.
J. Amer. Dent. Ass., 44, 542 - 552, (1952)
- 9.) Fromme, H.G., Riedel, H., Vahl, J.
Beobachtungen zum Gefügebau der Zahnhartsubstanzen mit Hilfe des Raster-Elektronen-Auflichtmikroskopes.
Dtsch. zahnärztl. Zschr., 22, 395 - 400, (1967)

- 10.) Gayler, M.L.V.
Some Factors Affecting the Setting of Dental Amalgams.
Brit. Dent. J. 54, 269 - 288, (1933)
- 11.) Gayler, M.L.V.
Some Factors Affecting the Setting of Dental Amalgams, Part. 2.
Brit. Dent. J. 56, 605 - 623, (1934)
- 12.) Gayler, M.L.V.
The Setting of Dental Amalgams. Part. 3.
Brit. Dent. J., 58, 145 - 160, (1935)
- 13.) Gayler, M.L.V.
The Setting of Dental Amalgams. Part. 4.
Brit. Dent. J., 59, 245 - 251, (1935)
- 14.) Gayler, M.L.V.
The Setting of Dental Amalgams. Part. 5
Brit. Dent. J., 60, 605 - 613, (1936)
- 15.) Gayler, M.L.V.
The Setting of Dental Amalgams. Part. 6
Brit. Dent. J., 61, 11 - 18, (1936)
- 16.) Gayler, M.L.V.
The Constitution of the Alloys of Silver,
Tin and Mercury.
J. Inst. Metals, 60, 379 - 400, (1937)
- 17.) Gayler, M.L.V.
Dental Amalgams.
J. Inst. Metals, 60, 407 - 419, (1937)
- 18.) Gray, A.W.
Metallographic Phenomena observed in Amalgam.
J. Amer. Dent. Ass., 6, 513, (1919)
- 19.) Gray, A.W.
Volume Changes in Amalgam.
J. Inst. Metals, 29, 139, (1923)
- 20.) Greener, E.H., Grant, A.A., Meshii, M.
Elektron Mikroskopy of Dental Materials.
Six International Congress for Elektron Mikroskopy, Kyoto (1966)

- 21.) Ilg, V.K.
Werkstoff- und Verarbeitungsnormen zahnärztlicher Werkstoffe, aufgestellt durch das National Bureau of Standards.
Dtsch. zahnärztl. Zschr., 4 : 11, 743 - 745 (1949)
- 22.) Ilg, V.K.
Untersuchungen über das Dimensionsverhalten der Füllungsamalgame.
Dtsch. zahnärztl. Zschr., 6 : 3 127 - 136, (1951)
- 23.) Jarabak, J.R.
The Effect of Particle Size on Dimensional Change in Dental Amalgams.
J. Amer. Dent. Ass., 29, 593 - 605, (1942)
- 24.) Joyner, R.A.
Amalgams Containing Silver and Tin.
J. Chem. Soc., 99, 195 - 208, (1911)
- 25.) Kirchberg, H.
Aufbau und Anwendung der Metall-Mikrotome.
Mikrotomnachrichten Sonderheft Metall S. 19
Heidelberg (1962)
- 26.) Klötzer, W.T.
Vergleichende werkstoffkundliche Untersuchungen v. Kugelamalgamen und konventionellen Splitteramalgamen.
Dtsch. zahnärztl. Zschr., 23 : 12, 1438 - 1445, (1968)
- 27.) Knight, J., Joyner, R.A.
Amalgams Containing Silver and Tin.
J. Chem. Soc., 103, 2247 - 2262, (1913)
- 28.) Knight, J., Joyner, R.A.
The Ageing of Alloys of Silver and Tin.
J. Chem. Soc., 105, 639 - 645, (1914)
- 29.) Kyselova, J. Vahl, J., Zajivek, O.
Die Mikrostruktur des Amalgams als Zahnfüllungsmaterial nach anodischer Korrosion.
Dtsch. zahnärztl. Zschr., 23 : 6, 631 - 641, (1968)

- 30.) Loebich, O., Nowack, L.

Die metallographischen Untersuchungen von
Amalgamen.

Dtsch. zahnärztl. Wschr., 32, 450 - 465, (1929)

- 31.) Loebich, O.

Die Erhärtung der Zahnamalgame.

Z. Metallkde., 32, 15 - 18, (1940)

- 32.) Loebich, O., Kropp, R. bei Eichner, K.

Leitfaden zahnärztlicher Werkstoffe und
ihrer Verarbeitung.

1. und 2. Auflage (1960 und 1967)

Berlinische Verlagsanstalt G.m.b.H

- 33.) Mc Bain, J.W., Joyner, R.A.

Amalgams Containing Tin, Silber and Mercury.

Dent. Cosmos, 54, 641 - 650, (1912)

- 34.) Nagai, K., Ohashi, M., Habu, H.

Physical properties of commercially available
amalgam made with spherical alloys.

Autoreferat im Tagungsprogramm der

Intern. Ass. Dent. Res., San Francisco 1968

- 35.) Paffenbarger, G.C.

Recent Advances in U.S.A. Research on Dental
Amalgams and possible Applications.

Internat. Dent. J., 16, 450, (1966)

- 36.) Petrenko, G.J.

Über die Legierungen des Silbers mit Blei und
Zinn.

Z. anorg. Chem. 53, 200 - 211, (1907)

- 37.) Probst, R.L., Karp, P.I., Sayre, C.H., Beebe, A.H. jr.

(Federal Mogul Bower Bearings, Inc., Detroit,
Michigan, U.S.A.) : Atomizing nozzle and pouring
cap assembly for the manufacture of metal
powders. U.S. Patent No. 2.968.062, granted
January 17th, 1961

- 38.) Reimer, L.

Elektronenmikroskopische Untersuchungs- und
Präparationsmethoden.

Springer Verlag Berlin 2. Aufl. (1967)

39.) Reinacher, G.

Metallographische Präparation von Edelmetall-
Proben durch Überschneiden mit einem Mikrotom.
Z. Metallkunde, 47, 607, (1956)

40.) Reinacher, G.

Metallographische Gefügepräparation durch
Überschneiden mit einem Mikrotom und Elektro-
wischpolieren.
Mikrotomnachrichten, Sonderheft Metall S. 14- 19
Heidelberg 1962

41.) Rost, A.

Vergleichende experimentelle Untersuchungen an
ultraschall- und handkondensierten Amalgam-
füllungen.
Dtsch. zahnärztl. Zschr., 22, 486 - 493, (1967)

42.) Ryge, G., Moffet, I.C., Barkow, A.G.

Microstructural Observation and x- ray
Diffraction Studies of Silver- Tin- Amalgam.
J.Dent. Res., 32, 152 - 167, (1953)

43.) Schnitt, G.

Über das Gefüge von Amalgamfüllungen verschie-
dener Zusammensetzung und Herstellung.
Dtsch. zahnärztl. Zschr., 15, 736 - 751, (1960)

44.) Schnuck, K.

Strukturuntersuchungen an zahnärztlichen
Amalgamen/Med. Diss. Jena (1958)

45.) Schoch, P., Loebich, O.

Die Porosität unserer Amalgamfüllungen.
Dtsch. zahnärztl. Zschr., 10, 785 - 790, (1955)

46.) Smith, E.A.

Particle Size of Dental Amalgam Alloys.
Brit. Dent. J., 86, 34 - 36, (1949)

47.) Smith, D.L., Ferguson, G.W., Schoonover, I.C.

Microstruktüre of Dental Amalgam.
J. Amer. Dent. Ass., 47 : 3, 305- 311, (1953)

- 48.) Troiano, A.R.
An x- ray Study of Dental Amalgams.
J. Inst. Metals, 63, 247 - 259, (1938)
- 49.) Viohl, J.
Klinische und werkstoffkundliche Untersuchungen
von Kugelamalgamen.
Dtsch. zahnärztl. Zschr., 23 : 12, 1432 - 1438,
(1968)
- 50.) Vogel, R., Bächstaedt, A.
Zur Deutung der beider Erhärtung von Zahn-
plomben aus Sn-Ag-Amalgam auftretendem Gefüge.
Z. Metallkunde, 48, 360 - 366, (1957)
- 51.) Wing, G.
The Microstructure of Dental Amalgam.
Austr. Dent. Journ., 10 : 2, 113 - 120, (1965)
- 52.) Wing, G., Ryge, G.
Reaction of Silver-Tin- Alloys and Mercury.
J. Dent. Res., 44, 701 - 712, (1965)
- 53.) Wing, G., Ryge, G.
Setting Reaction of Spherical Particle Amalgams.
J. Dent. Res., 44, 1325 - 1333, (1965)
- 54.) Winterhager, H.
Neue Erkenntnisse der Vorgänge bei der Erhär-
tung von Dentalamalgamen.
Dtsch. zahnärztl. Zschr., 10, 1602 - 1607,
(1955)
- 55.) Winterhager, J., Dreiner, R.
Röntgenographische Untersuchungen über den
Abbindevorgang bei Ag- Sn- Amalgamen.
Teil I und II
Metall 14, 1157 - 1162, (1960)
Metall 15, 114 - 123, (1961)
- 56.) Yang, J.K.
Microstructure of Dental Amalgam.
D.D.S., Chicago, III. May 1966

Bildanhang

Die Vergrößerungsangaben im Bildanhang beziehen sich auf die Originalabbildungen. Im Druck erscheinen sie auf die Hälfte reduziert.

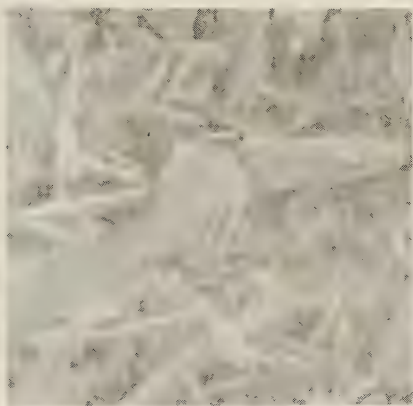


Abb: 1 Standalloy-Feilung
(Degussa)

R. 100x

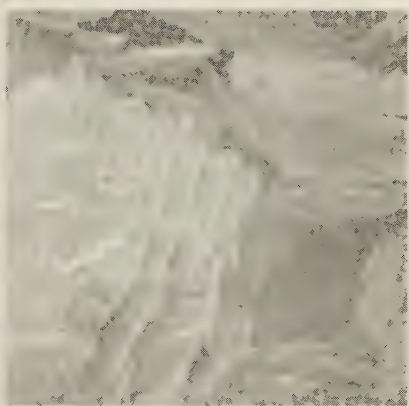


Abb: 2 Standalloy-Feilung
(Degussa)

R. 100x

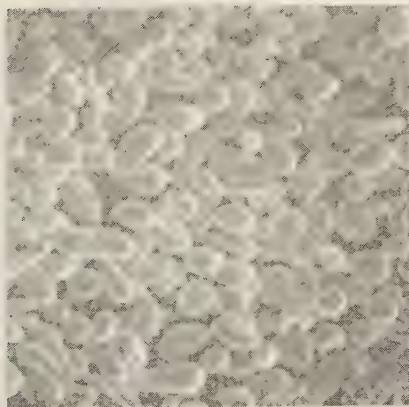


Abb: 3 Kugelamalgam-Pulver
(Degussa)

R. 120x

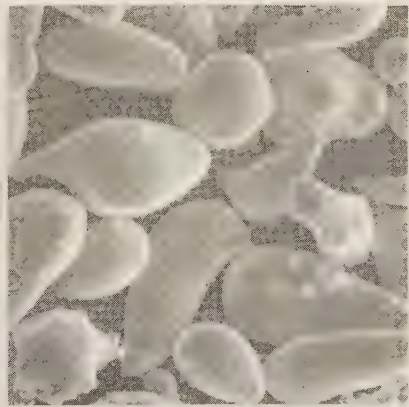


Abb: 4 Kugelamalgam-Pulver
(Degussa)

R. 360x

Abkürzungen:

D.= Durchstrahlungs-Elektronenmikroskop

O.= Ortholux

R.= Raster-Elektronen-Auflicht-Mikroskop

U.= Ultraphot

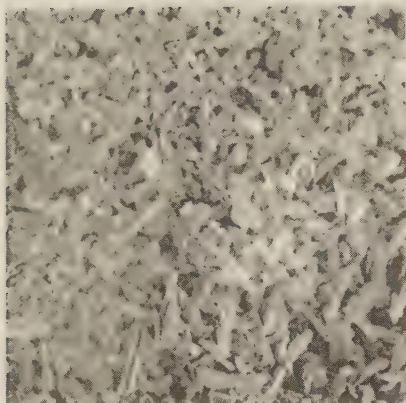


Abb: 5 fine grain-Feilung
(Degussa)

R. 100x

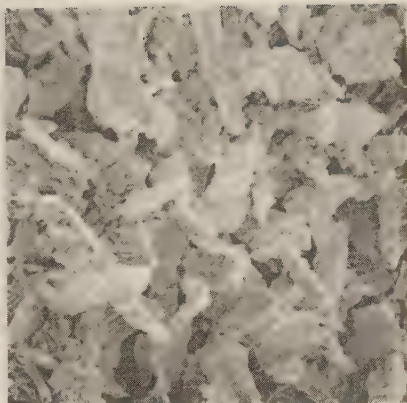


Abb: 6 fine grain-Feilung
(Degussa)

R. 300x



Abb: 7 Kerr Spheraloy
(Tablette)

R. 100x



Abb: 8 Kerr Spheraloy
(Tablette)

R. 300x

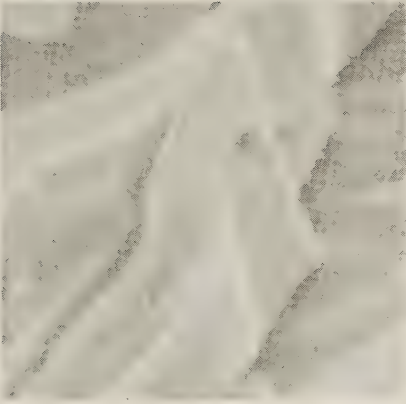


Abb: 9 Standalloy-Feilung
(Degussa)

R. 10000x

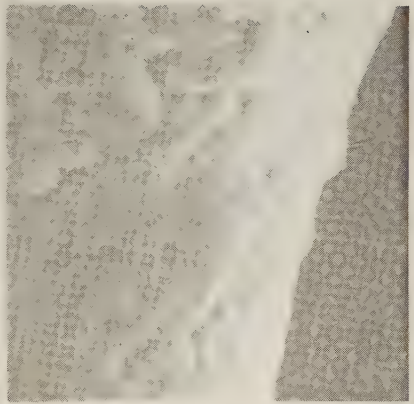


Abb: 10 Kugelamalgam-Pulver
(Degussa)

R. 12000x

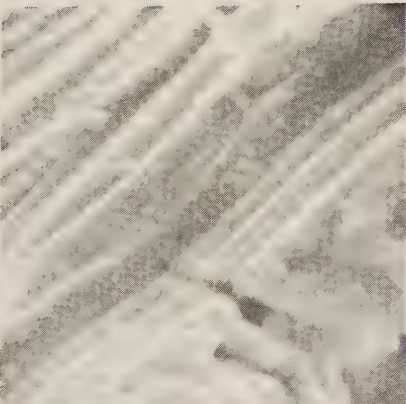


Abb: 11 fine grain-Feilung
(Degussa)

R. 10000x

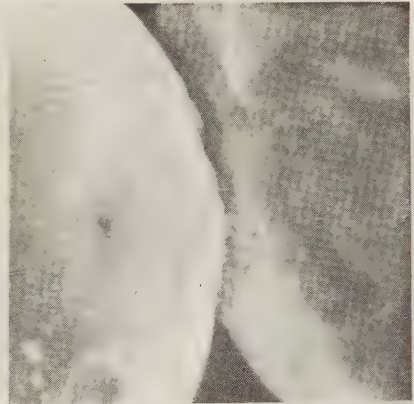


Abb: 12 Kerr Spheraloy
(Tablette)

R. 10000x

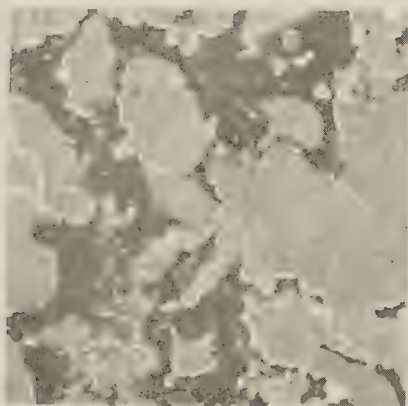


Abb:13 Standalloy-Feilung
(Degussa)
in Kunststoff eingebettet
und grob angeschliffen

R. 300x

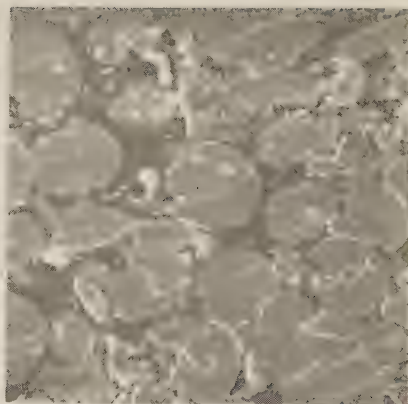


Abb:14 Dentalamalgam-Pulver
(Degussa)
in Kunststoff eingebettet
und grob angeschliffen

R. 300x

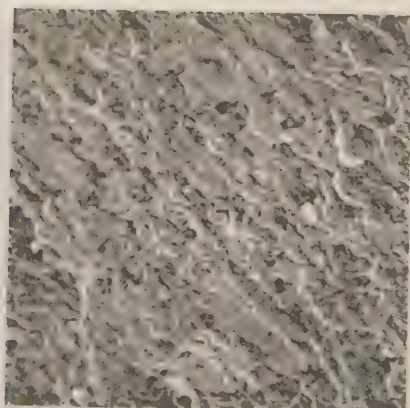


Abb:15 fine grain-Feilung
(Degussa)
in Kunststoff eingebettet
und grob angeschliffen

R. 300x

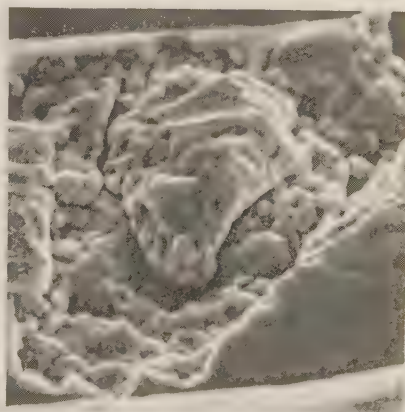


Abb:16 Probe 16 Standalloy
(Degussa)
angeschnittene Pore

R. 3000x

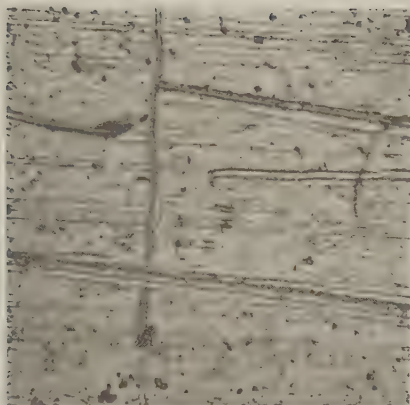


Abb:17 Triafol-Abdruck von
Probe 1
Standalloy (Degussa)

O. 45x



Abb:18 Triafol-Abdruck von
Probe 4
Standalloy (Degussa)

O. 45x



Abb:19 Triafol-Abdruck von
Probe 7
Kugelamalgam(Degussa)

O. 45x

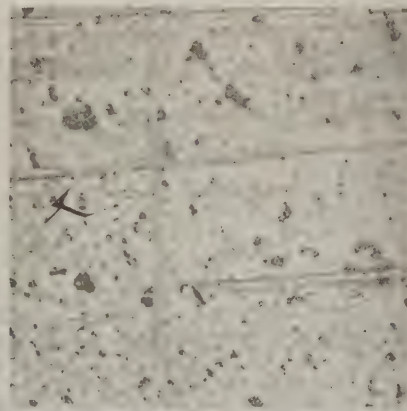


Abb:20 Triafol-Abdruck von
Probe 10
Kugelamalgam(Degussa)

O. 45x

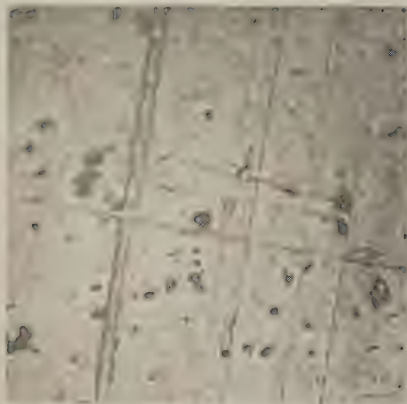


Abb.21 Triafol-Abdruck von
Probe 17
Standalloy (Degussa)

0. 45x



Abb.22 Triafol-Abdruck von
Probe 18
Standalloy (Degussa)

0. 45x

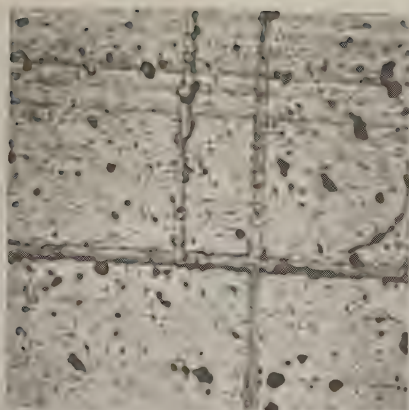


Abb.23 Triafol-Abdruck von
Probe 19
Angelmaing (Degussa)

0. 45x

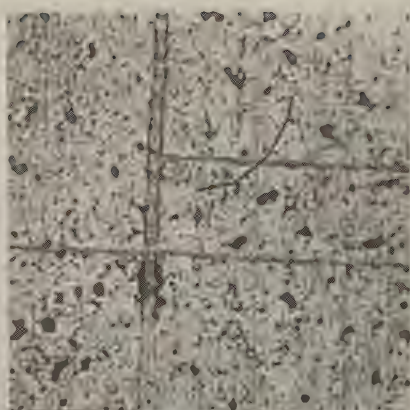


Abb.24 Triafol-Abdruck von
Probe 20
Angelmaing (Degussa)

0. 45x



Abb. 25 Triefel-Abdruck von
Probe 12
Ständallioy (Dagussa)

O. 45x



Abb. 26 Triefel-Abdruck von
Probe 13
Ständallioy (Dagussa)

O. 45x



Abb. 27 Triefel-Abdruck von
Probe 20
Kugelschalgen (Dagussa)

O. 45x



Abb. 28 Triefel-Abdruck von
Probe 21
Kugelschalgen (Dagussa)

O. 45x

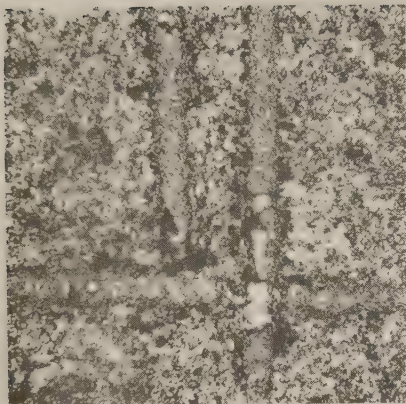


Abb:29 Triafol-Abdruck von
Probe 3
Standalloy (Degussa)

O. 45x

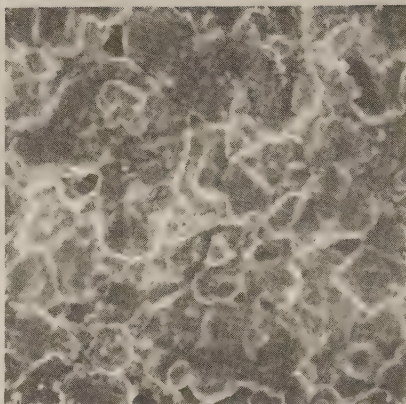


Abb:30 Probe 3
Standalloy (Degussa)

R. 800x

Triebal-Abdruck von Erde 13
Kieselsteinen (Zugasse)

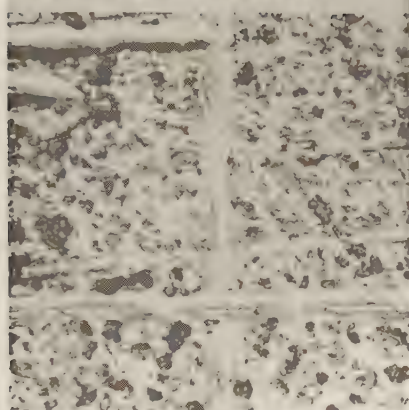


Abb:31 O. 45x

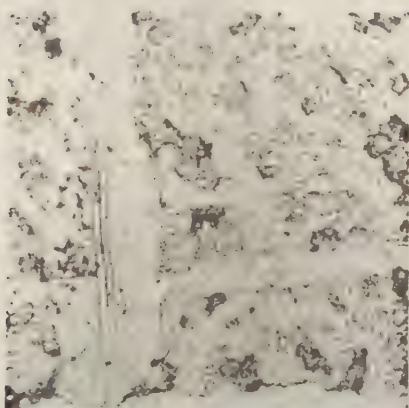


Abb:32 O. 120x

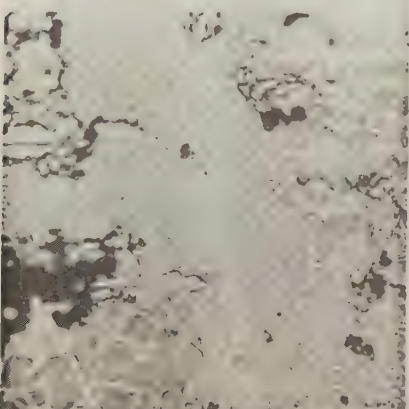


Abb:33 O. 500x



Abb. 134 U. 2008

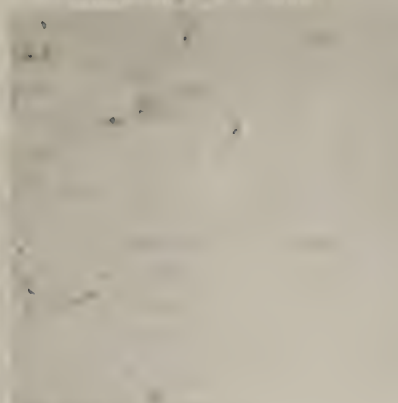


Abb. 135 U. 2008

Abbildung des Schiffes



Abb. 136 U. 2008



Abb. 137 U. 2008



Abb:38 Bruchaufnahme von
Probe 4
Standalloy (Degussa)

R. 360x



Abb:39 Bruchaufnahme von
Probe 5 (Alloyer Stahl)
Standalloy (Degussa)

R. 750x

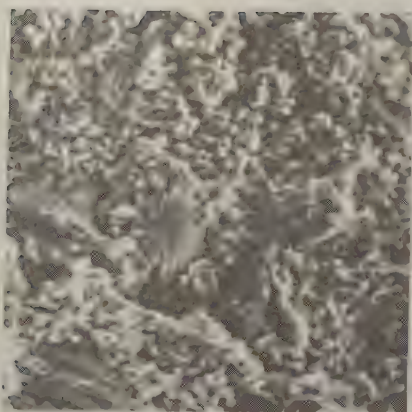


Abb:40 Bruchaufnahme von
Probe 4
Standalloy (Degussa)

R. 1200x



Abb:41 Bruchaufnahme von
Probe 22
Eusionalloy (Degussa)

R. 500x



Abb:40 Strichaufnahme von
Probe 22 (aus dem Bereich
Kugelschmelze) (Degussa)

M. 1000x



Abb:41 Strichaufnahme von
Probe 22 (anderer Bereich)
Kugelschmelze) (Degussa)

R. 1000x



Abb:44 Abdruckaufnahme von
Probe 1

Standalloy (Degussa)
Als Platte stützen ausgebil-
dete Legierungspartikel (γ),
die von einer Matrix aus δ -
(leicht strukturiert) und β -
Phasen (punktförmig) umgeben
sind

D. 10000x



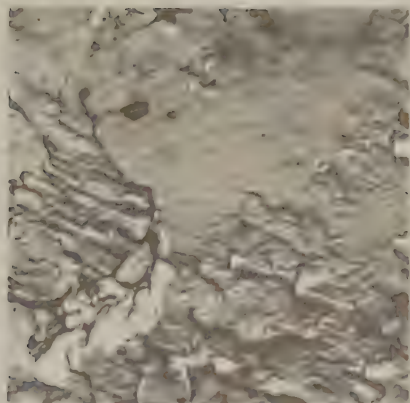
Abb:45 Abdruckaufnahme von
Probe 4

Standalloy (Degussa)
Gemisch von überwiegend γ u. δ -
Phasen

D. 10000x

100.15 Abdruckaufnahme von
Probe 21
Wismut (Degussa)
mit ausgebildete γ -Phase

D. 1000x



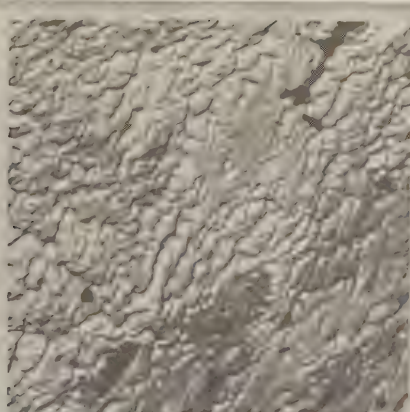
100.16 Abdruckaufnahme von
Probe 22
Wismut (Degussa)
mit ausgebildete γ -Phase,
strukturelle Bereiche γ -Phase

D. 1000x



100.17 Abdruckaufnahme von
Probe 23
Wismut (Degussa)
glatte Bereiche γ -Phase,
strukturierte Bereiche γ -Phase

D. 1000x



100.18 Abdruckaufnahme von
Probe 24
Wismut (Degussa)
überwiegend γ -Phase ver-
treten; kleinere α -Bereiche, die
durch die Abdruckaufnahme be-
dingt sind

D. 1000x

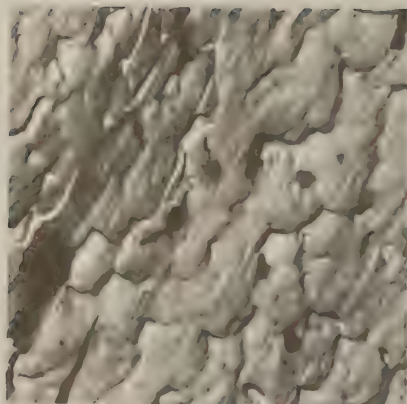


Abb:50 Abdruckaufnahme von
Probe 22
Aluminium (Degussa)
Mikroskopische Ausschnittver-
größerung von Abb:49
Überlagert γ_1 - Phase vertre-
ten; schwarz = Artefakte

D. 6000x

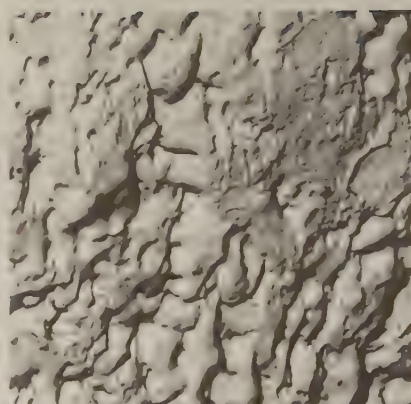


Abb:51 Abdruckaufnahme von
Probe 22
Aluminium (Degussa)
Mikroskopische Ausschnittver-
größerung von Abb:49
Neben überwiegend abgebildeter
 γ_1 - Phase befindet sich oben
rechts die gut ausgebildete
 γ_2 - Phase

D. 6000x



Abb:32 Probe 4
Aluminium (Degussa)
Mikroskopische Vergrößerung
von Abb:34

R. 1000x



Abb:33 Probe 4
Aluminium (Degussa)
Mikroskopische Vergrößerung
von Abb:34

R. 3000x



Abb:54 Probe 21
Angelamalgalam (Degussa)
U. 1000x



Abb:55 Probe 22
Angelamalgalam (Degussa)
U. 1000x

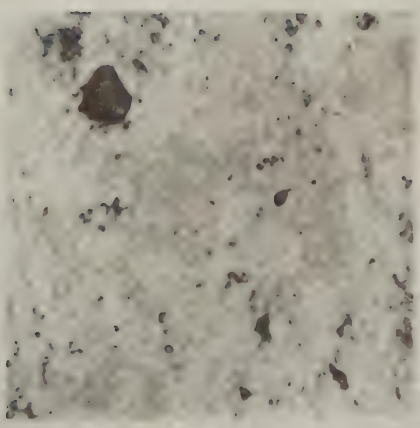


Abb:56 Probe 4
Tantalalloy (Degussa)
nach "jodine" Ätzung
U. 400x

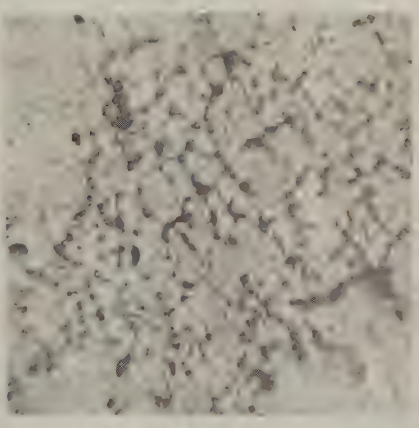


Abb:57 Probe 7
Angelamalgalam (Degussa)
nach "jodine" Ätzung
U. 400x



Abb. 55 Probe 4
 Kugelmagnetit (Hagussa)
 nach "cyanide" Atzung

H. 550x



Abb. 56 Probe 4
 Kugelmagnetit (Hagussa)
 nach "cyanide" Atzung

H. 2200x

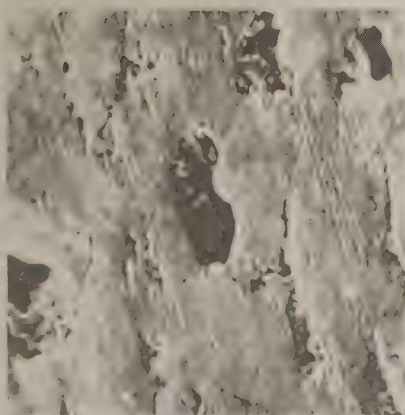


Abb. 60 Probe 22
 Kugelmagnetit (Hagussa)
 nach "cyanide" Atzung

H. 500x

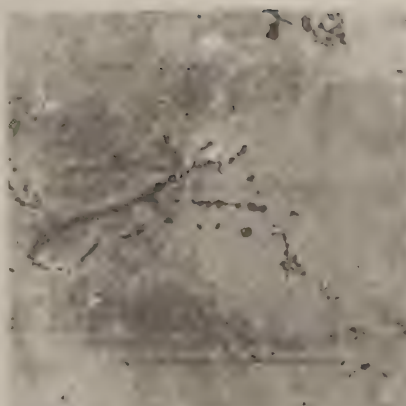


Abb. 61 Probe 7
 Kugelmagnetit (Hagussa)
 nach "cyanide" Atzung

H. 500x

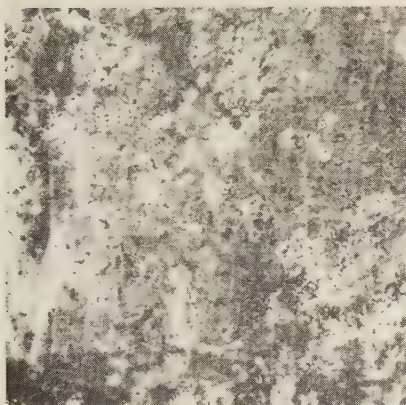


Abb:62 Probe 1
Standalloy (Degussa)
nach HNO_3 -Ätzung
R. 200x

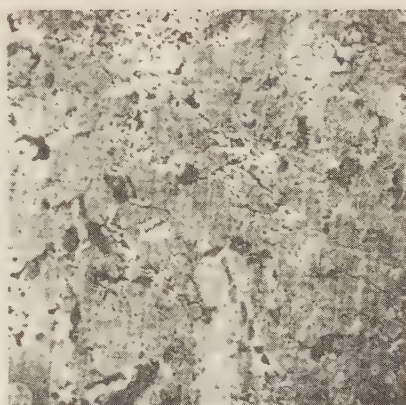


Abb:63 Probe 1
Standalloy (Degussa)
nach HNO_3 -Ätzung
R. 600x



Abb:64 Probe 10
Kugelamalgam (Degussa)
nach HNO_3 -Ätzung
R. 220x



Abb:65 Probe 10
Kugelamalgam (Degussa)
nach HNO_3 -Ätzung
R. 540x

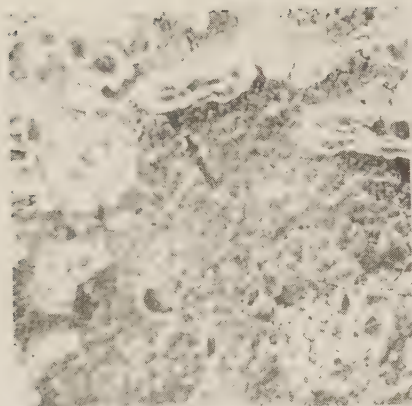


Abb:66 Probe 16
Standalloy (Degussa)
Gefügeausbildung nach Über-
hitzung

R. 580x

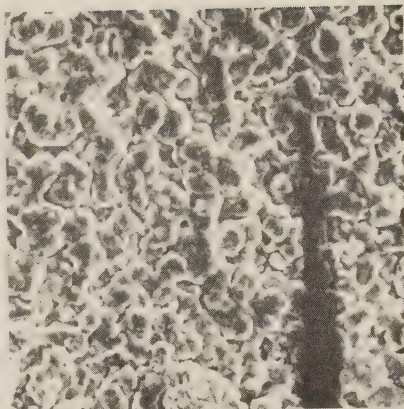


Abb:67 Probe 22
Kugelamalgam (Degussa)
Gefügeausbildung nach Über-
hitzung

R. 550x

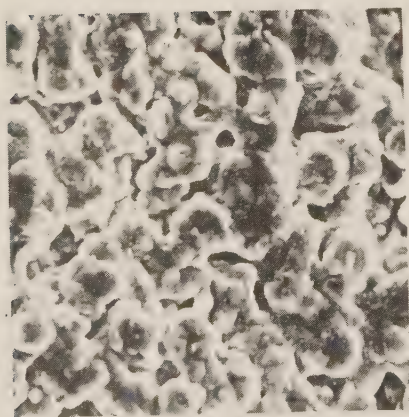


Abb:68 Probe 22
Kugelamalgam (Degussa)
Gefügeausbildung nach Über-
hitzung

R. 1125x

Herrn Prof. Dr. K. Eichner möchte ich an dieser Stelle meinen Dank für die Überlassung des Themas aussprechen.

Dem Leiter der Abteilung Metalle und Metalltechnologie der Bundesanstalt für Materialprüfung Herrn Dr.-Ing. Haedecke danke ich für die Bereitstellung des Mikrotoms.

Weiterhin möchte ich Frau Metier, Herrn Dr. Herbst (Moabiter Krankenhaus), Herrn Rau und Herrn Neumann (Technische Universität) für die Bereitstellung und Bedienung der Raster-Elektronen-Auflicht-Mikroskope danken.

Mein besonderer Dank gilt Herrn Dr. Lenz für seine Anregungen und freundliche Unterstützung. Ebenso danke ich seiner Assistentin Frl. Lindner für ihre Hilfe bei der Anfertigung des umfangreichen Bildmaterials und Bedienung des Durchstrahlungs-Elektronenmikroskopes.

Lebenslauf

Am 22. Oktober 1942 wurde ich, Manfred Wegner, als Sohn des technischen Angestellten Wilhelm Wegner und seiner Ehefrau Margarete, geb. Hollatz, in Berlin geboren.

Von 1948-1954 besuchte ich die 14. Volksschule in Berlin-Kreuzberg und wechselte dann in die Sophie-Scholl-Schule in Berlin-Schöneberg über. An diesem neusprachlichen- und mathematisch-naturwissenschaftlichen Gymnasium legte ich im März 1961 die Reifeprüfung ab.

Im Sommersemester 1961 begann ich an der Freien Universität Berlin das Studium der Zahnheilkunde und bestand dort im April 1964 die zahnmedizinische Vorprüfung. Nach Absolvierung der klinischen Semester erfolgte im Frühjahr 1967 die zahnärztliche Prüfung und anschließend die Bestallung als Zahnarzt. Seit dieser Zeit bin ich in einer zahnärztlichen Praxis in Berlin 15 als Assistent tätig.

